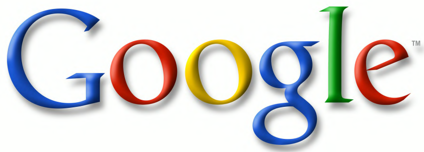
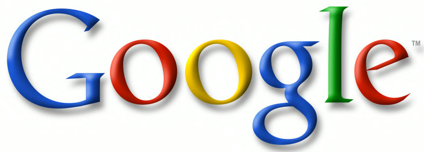




schmolzen, gleichsam wie eine Legirung, in einen Guss zu bringen. Wir sind der Ansicht, dass der Verfasser mit dieser Trennung in zwei Abschnitte vollkommen Recht habe, denn mancherlei Gründe sprechen für eine solche getrennte Behandlung des Stoffes. Nur so wird es möglich, unendlich viele Wiederholungen zu umgehen, nur dadurch wird es möglich, dem Werke für den Leserkreis, für den es vornehmlich bestimmt ist, die Klarheit, Kürze und Präcision zu geben, welche ganz unerlässlich ist, wenn es seinen Zweck, ein wissenschaftlicher Rathgeber der Praxis zu sein, in vollem Umfange erfüllen soll. Und gerade wegen seiner scharf logischen systematischen Eintheilung, wodurch sich vorliegendes Werk vor andern ähnlichen vortheilhaft auszeichnet, die dadurch bedingte Fasslichkeit auch für Neulinge auf diesem Gebiete und ermöglichte Zugänglichkeit auch für minder auf wissenschaftlichem Boden Bewanderte, empfehlen wir das Hoffmann'sche Werk aus voller Ueberzeugung nicht nur den schon ausübenden, sondern ganz besonders auch den angehenden Landwirthen.

Die theoretische Abtheilung behandelt die drei Hauptcapitel: I. Boden. II. Luft, III. Pflanze; die praktische Abtheilung zerfällt in die Abschnitte: I. die Kulturpflanzen und ihr Charakter, II. die Bodenbearbeitung, III. die Ernährung der Kulturpflanzen, IV. der Dünger und seine richtige Anwendung, V. der rationelle Wirthschaftsbetrieb. Schon aus diesen Schlagworten ist der naturgemässe Gedankengang, von dem Einfacheren zu dem Complicirteren übergehend, ersichtlich. Die einzelnen Kapitel sind mit glücklicher Umgehung der für den Zweck des Buches gefährlichen Klippe des Zuvielsagens, aber auch mit einer von dem Verfasser der Jahresberichte über Agriculturchemie voraussichtlichen Gründlichkeit und Berücksichtigung der neuesten Forschungen in einer ansprechenden und fesselnden Weise abgehandelt, wobei der Verfasser sein Wort, vor Allem das, was wir bereits wissen, aber auch Hinweise auf das, was wir zur Zeit noch nicht wissen und was daher noch zu erforschen erübrigt, den Landwirthen in seinem Werke zu geben, redlich gehalten hat.

Sollen wir zum Schluss einige Wünsche für eine hoffentlich recht bald nöthig werdende zweite Auflage aussprechen, so sind es vor Allem folgende: Es mögen dann die überaus zahlreichen, oft recht sinnstörenden Druckfehler gründlich beseitigt, wesentlich bessere Abbildungen eingefügt (man sehe z. B. nur pag. 121, 122 und 134), und überhaupt der Ausstattung des Werkes einige Concessionen gemacht werden. Da das Werk auch als Nachschlagebuch für den Landwirth dienen soll, würde ein beigefügter alphabetischer Index diesen Zweck sehr erleichtern."

Anleitung

zu

chemischen Untersuchungen

mit besonderer Beziehung auf

Landwirthschaft und landwirthschaftliche Industrie.

Zum Gebrauche

an

landwirthschaftlichen und landwirthschaftlich-industriellen Lehranstalten, sowie für praktische Landwirthe, Bräuer, Brenner und Zuckerfabrikanten

von

Dr. Theodor von Gohren,

o. Professor an der höheren landwirthschaftlichen und landwirthschaftlich-industriellen Landes-lehranstalt des Königreiches Böhmen in Tetschen-Liebwerd.

Mit in den Text eingedruckten Holzschnitten.

PRAG.

Verlag von Carl Reichenecker.

1867.

Druck von Heinr. Mercy in Prag.

Dem

CURATORIUM

der höheren landwirthschaftlichen und

landwirthschaftlich-industriellen Landeslehranstalt

des

Königreiches Böhmen in Tetschen-Liebwerd

widmet dieses Werkchen

in tiefster Ehrerbietung

der Verfasser.

Inhalt.

I. Abtheilung.

Reaktionen der Basen.

II. Abtheilung.

Reaktionen der Säuren.

III. Abtheilung.

Gang der qualitativen chemischen Analyse.

IV. Abtheilung.

Organische Elementaranalyse und Berechnung der Formeln.

V. Abtheilung.

Gang der quantitativen Analyse der für den Landwirth wichtigsten Stoffe.

Anhang.



Ueber die Methode des chemischen Unterrichtes
an
landwirthschaftlichen Lehranstalten.

Als Liebig vor nun 26 Jahren sein Epoche machendes Werk: „die Chemie in ihrer Anwendung auf Agricultur und Physiologie“ veröffentlichte und damit der Begründer der modernen, auf naturgesetzlicher Grundlage ruhenden Landwirthschaftswissenschaft wurde, war es mit dem Studium der Naturwissenschaften im Allgemeinen, namentlich aber mit der Chemie, nicht nur an den unteren und mittleren Lehranstalten, sondern selbst hinauf bis zur Universität schlecht bestellt. Wie anders in der Gegenwart! Niemand verschliesst sich mehr vor der, alle Zweige menschlicher Thätigkeit umfassenden Tragweite chemischer Forschungen, Niemand verkennt die vielversprechende Entwicklungsfähigkeit der jungen Wissenschaft, Niemand vermag den tief eingreifenden Einfluss der Chemie auf das praktische Leben in Abrede zu stellen. „Denn ist sie es nicht, die uns Aufschluss bringt über den Werth aller unserer Nahrungsmittel, über deren zweckentsprechende Wahl, Zusammensetzung und Zubereitung; die in Zeiten der Noth uns neue Quellen zur Deckung der Lebensbedürfnisse anweist; die es durch ihre Gesetze der thierischen Ernährung den Landwirthen möglich macht, in der Thierproduktion irgend ein vorgestecktes Ziel auf dem kürzesten und billigsten Wege zu erreichen? — Enthüllt sie nicht in ihrer Lehre vom Stoffwechsel das innerste Getriebe des thierischen Lebens, auf dessen Erkenntniss eine sich glorreich Bahn brechende Physiologie, Diätetik und Medizin zum wahren Wohle des Gesunden und Kranken gegründet wurde? — Und der Landwirth, der es mit dem üppigen Gedeihen seiner Culturpflanzen zu thun hat, giebt sie ihm in den Gesetzen des Lebens und der Ernährung der Pflanzen nicht Alles, Alles, was er bedarf?“ (Greaven). Das ist es, was die Chemie in so kurzer Zeit zu einer solchen Höhe der Entwicklung gebracht hat, vor allen aber war es der Geist, den der grosse Münchner Meister

seinen Lehren einzuflössen verstand und der tausendfältigen Wiederhall fand in der Begeisterung seiner Schüler und der ganzen dem Fortschritt huldigenden Bevölkerung. Feind aller eingetrichterten, mechanischen, handwerksmässigen Fachdressur und Berufsabrichtung, Feind der geistig demoralisirenden reinen Nützlichkeitslehre suchte Liebig, das Können durch das Wissen befruchtend, durch die geweckte Selbstthätigkeit, durch die gegebenen Anregungen zum Selbstdenken seinen Schülern die reinen Freuden des Selbstfindens und Selbstschaffens zu bewahren. „Ein wahrhaft wissenschaftlicher Unterricht soll fähig und empfänglich für alle und jede Anwendung machen, und mit der Kenntniss der Grundsätze und Gesetze der Wissenschaft sind die Anwendungen leicht, sie ergeben sich von selbst. Nichts ist nachtheiliger und schädlicher, als wenn der Materialismus oder die Nützlichkeits-Principien in irgend einer Lehranstalt Wurzel fassen, wenn Institute, deren Zweck es ist, die Schüler in den Wegen zu unterrichten, die man einschlägt, um einen Gedanken oder das Begriffene, Erlernte in einer Erscheinung (durch einen Versuch) auszudrücken, wenn sie dazu benutzt werden, um Seifensieder, Branntweinbrenner oder Schwefelsäure-Fabrikanten aus Kindern zu bilden. Alles dieses vernichtet gänzlich den Zweck des Institutes. Ich habe viele Laboratorien und Gewerbschulen gesehen, und in den meisten, je nach den besonderen Liebhabereien der Lehrer, die verschiedenartigsten chemischen Gewerbe in kleinem Maassstabe ausgeführt gesehen. Diese Spielereien verzehren den Fond der Anstalten, ohne auch nur im entferntesten zu nützen.“

„Ich habe bei Allen, welche das hiesige Laboratorium technischer Zwecke wegen besuchten, Söhnen von Fabrikanten oder Personen, die sich für die Industrie bestimmten, eine vorherrschende Neigung gefunden, sich mit Arbeiten der angewandten Chemie zu beschäftigen. Mit einer Art von Furcht und Besorgniss folgen sie gewöhnlich meinem Rathe, alle diese zeitversplitternden Taglöhnerarbeiten bei Seite zu setzen, und sich lediglich mit der Art und Weise bekannt zu machen, wie rein wissenschaftliche Fragen lösbar sind und gelöst werden müssen. Ihr Verstand lernt leicht und schnell die besten Mittel auffinden, sie sind es selbst, die sie den Umständen anpassen und modificiren; alle Operationen, alle Analysen, die zur Ausmittlung eines gewissen Verhaltens dienen, welche angestellt werden müssen, um die Bedingungen zur Lösung der Aufgabe zu erforschen, sie haben einen bestimmten Zweck, eine jede erhält einen gewissen Reiz, der aller Ermüdung vorbeugt; und ist die Frage wirklich gelöst, so kennen sie damit die Mittel und Wege, um alle andern ähnliche Zwecke zu erreichen. Ich kenne viele davon, welche

jetzt an der Spitze von Soda-, von Schwefelsäure-, von Zucker-, von Blutlaugensalz-Fabriken, von Färbereien und anderen Gewerben stehen; ohne je damit zu thun gehabt zu haben, waren sie in der ersten halben Stunde mit dem Fabrikationsverfahren auf's vollkommenste vertraut, die nächste brachte schon eine Menge der zweckmässigsten Verbesserungen. Sie waren daran gewöhnt, bei allen ihren Arbeiten im Laboratorium sich die genaueste und zuverlässigste Kenntniss aller Materien zu erwerben, die bei ihren Arbeiten zur Anwendung kamen; sie hatten als die unvermeidlichste Bedingung zur Vermeidung von Irrthümern die Nothwendigkeit einsehen lernen, die gebildeten Produkte einer gründlichen Untersuchung in Beziehung auf ihre Zusammensetzung zu unterwerfen, woraus sich von selbst die Quelle der Fehler, die Beseitigung der Verluste, die Verbesserung der Apparate, die Vervollkommnung des Verfahrens ergab." (Liebig).

Diese Anschauungen müssen auch für den Unterricht der Chemie an landwirthschaftlichen Lehranstalten leitend sein, wenn der ungleich höhere Nutzen, welchen die Chemie der Landwirthschaft in Zukunft noch zu leisten vermag, erreicht werden soll.

Man hat viel darüber gestritten, ob die Ausbildung der Landwirthe besser an den Universitäten oder an selbstständigen landwirthschaftlichen Lehranstalten erfolgen solle. Ich bin der Ansicht, dass recht gut selbstständige Lehranstalten neben der Universität bestehen können, dass sich beide keineswegs ausschliessen, sondern sich vielmehr gegenseitig ergänzen. Es kommt eben Alles auf die Individualität des Lernenden und Lehrenden an. Gegen Halbwisserei und Denkfaulheit giebt es kein Privilegium und kein Monopol. Was speziell die Chemie betrifft, mit der wir es hier vorzugsweise zu thun haben, so dürften den Laboratorien der meist mitten in der landwirthschaftlichen Praxis gegründeten Lehranstalten jedenfalls reichere Anknüpfungspunkte, Hülfsquellen und Demonstrationsobjekte zur Verfügung stehen als den in grossen Städten, fern von dem eigenthümlichen landwirthschaftlichen Betrieb angelegten Universitätslaboratorien. Chemisch denken — und das ist die Hauptsache — soll man an beiden Orten lernen können und dann bleibt es sich gleich, ob man sein Wissen da oder dort geholt hat.

Bei der Chemie liegt der Schwerpunkt des Unterrichts nicht wie bei anderen Disciplinen in den Vorlesungen, sondern in den praktischen Arbeiten des Laboratoriums und der erste Unterricht im Laboratorium ist meist für den ganzen späteren Bildungsgang entscheidend.

Die einseitige Ueberschätzung einerseits und die ungerechtfertigte Unterschätzung der Chemie andererseits, die man noch

häufig unter den Landwirthen findet, dürfte im Wesentlichen ihren Grund in einer entweder mangelhaften, ungeregelten oder in der ganz vernachlässigten Beschäftigung im chemischen Laboratorium haben.

Dreierlei gehört zum Arbeiten im Laboratorium:

Wissen, Können und Wollen d. h. theoretische Studien, eine gewisse manuelle Geschicklichkeit und vor allen Gewissenhaftigkeit, bei manchen Dingen auch ein gewisser persönlicher Muth. Theils muss der junge Landwirth diese Eigenschaften schon mitbringen, theils soll er sie noch erlernen. Dass dabei die Methode des Unterrichtes nicht einerlei ist, dass nicht der Lehrer schablonenartig dabei verfahren darf, ist selbstverständlich; vor allem aber ist von letzterem das unbestreitbare Wort eines neueren Schulmannes zu beherzigen: „Wer bewusst und mit höherem Erfolge auf Andere, besonders auf die Jugend, tief und nachhaltig einwirken will, muss einen viel umfangreicheren Stoff beherrschen, als ihm zu lehren obliegt, muss eine tiefere Einsicht in das vorliegende Unterrichts - Material gewonnen und auch gelernt haben, es zu durchdringen; mit einem Worte er muss geistig bedeutend höher stehen, als die zu Unterrichtenden und zu Bildenden; der eigene geistige Quell muss reicher fliessen, wenn er das innere Leben Anderer erschliessen soll.“

Den praktischen Arbeiten im Laboratorium muss ein Vorlesungscursus über allgemeine Chemie, durchwebt mit so zahlreichen Experimenten als nur möglich, vorangehen. Natürlich soll es ein freier Vortrag sein, auch darf sich der Lehrer nicht auf den Vortrag beschränken, sondern er muss sich durch häufiges Fragen auch von der Auffassung seiner Schüler überzeugen. Examinatoria sind ganz unumgänglich nothwendig.

Bei dem dreijährigen Lehrcursus der königlich böhmischen landwirthschaftlichen Landeslehranstalt Liebwerd wird das ganze erste Jahr den Vorlesungen gewidmet, erst im zweiten Jahr beginnt das Praktikum und da gilt es vor allen, sich manuelle Geschicklichkeit zu erwerben, um die vorkommenden Operationen mit Umsicht und Geschick ausführen zu können. Der einzige Weg, sich diese Fähigkeit anzueignen, ist unausgesetzte, fleissige, praktische Uebung. Wesentlich befördert wird die Dexterität der Praktikanten, wenn der Lehrer sie nicht blos mit analytischen Arbeiten beschäftigt, sondern auch mit synthetischen, bei welchen Apparate in den verschiedensten Gestalten und zu den verschiedensten Zwecken zusammenzustellen sind, abwechselt. Bei der Instandhaltung und Vervollkommnung der Präparatensammlung findet sich reichlich Gelegenheit und diese Abwechslung bietet auch den Vortheil, den Geist nicht ermüden und ihn nicht mechanisch werden zu lassen.

Was die Arbeiten selbst betrifft, so muss natürlich von den einfacheren zu den schwierigeren übergegangen und nicht vorwärts gegangen werden, bevor der Betreffende das Frühere nicht vollständig verstanden und verdaut hat. Das Hauptgewicht ist auf die analytischen Arbeiten zu legen. Man beginnt mit der qualitativen Analyse. Da die beiden ersten Kapitel der qualitativen Analyse, die Operationen und die Kenntniss der Reagentien und ihrer Anwendung, schon im Vorlesungscursus erläutert werden, lässt man zunächst den Anfängern das Verhalten der Körper zu den Reagentien und dann den bei jeder Untersuchung eines unbekannten Stoffes einzuschlagenden systematischen Gang kennen lernen, stets und immer wieder durch Kreuz- und Querfragen sich die Ueberzeugung verschaffend, ob auch der ursächliche Zusammenhang der einzelnen Reaktionen geistig erfasst wurde. Nach der qualitativen Analyse folgt das Studium der quantitativen Analyse, „des stärksten und mächtigsten Hebels für die Chemie als Wissenschaft, wie für die Chemie in ihrer Anwendung auf das Leben.“ Die quantitative Analyse fordert theoretisches Wissen und, manuelle Geschicklichkeit vorausgesetzt, vor Allem und ganz besonders die strengste Gewissenhaftigkeit, Geduld und Selbstvertrauen. Unendlich viel zur Erlangung dieses Selbstvertrauens hängt von der Art der Uebungsaufgaben ab, die der Lehrer dem Lernenden gibt, die Untersuchungen müssen eine absolut genaue Controle der Resultate zulassen. Desshalb darf man z. B. auch nicht mit der Untersuchung complicirter Futter- oder Düngemittel oder gar mit einer vollständigen Bodenanalyse beginnen, sondern man lässt abwechselnd, wo es statthaft ist, mittelst der Titriranalyse und der gewichtsanalytischen Methode vorher genau bestimmte Mengen einzelner einfacher Stoffe, z. B. Zucker, Eisen, Chlor, Kohlensäure u. s. w. quantitativ nachweisen und erst, wenn allmälig das Selbstvertrauen erworben wurde, geht man zu schwierigeren Bestimmungen über. Die Erwerbung der nothwendigen Sicherheit in der quantitativen Analyse, die Aneignung des unentbehrlichen, auf erhaltene Resultate gegründeten Selbstvertrauens ist ein Ziel, welches nicht stürmend erreicht werden kann, sondern zu dem man nur allmälig und Schritt vor Schritt gelangt. — So mechanisch und somit ermüdend und langweilig man aber auch die Ausführung zuweilen erscheinen mag, so lohnend sind gute Resultate, so unangenehm freilich andererseits ungenaue. Wer sich daher das Studium der quantitativen Analyse zu einem nach Möglichkeit angenehmen machen will, der bestrebe sich, durch strenges, fast scrupulöses Einhalten aller Bedingungen, gleich von Anfang, wenn auch mit grösserem Zeitaufwande, gute Resultate zu erhalten. Ich kenne kaum einen aus praktischen Arbeiten unmittelbar hervor-

gehenden Lohn, welcher angenehmer wäre, als der, recht übereinstimmende Analysen, recht genaue Resultate zu erhalten. Sie tragen ihren Lohn in sich und sind, selbst abgesehen von den dadurch zu erreichenden Zwecken, eine schöne Genugthuung für die verwendete Zeit und Mühe.“ (Fresenius.)

Bei den agrikulturchemischen Arbeiten im Laboratorium möge aber nie das Mikroskop fehlen, Gewandtheit in mikroskopischen Untersuchungen ist heutzutage für Jedermann nothwendig, besonders für den Landwirth. Beim Studium der Pflanzenkrankheiten und bei hunderterlei in das Leben greifenden Gelegenheiten ist das Mikroskop ein unschätzbares Hilfsmittel. Aber auch hinsichtlich der chemischen Untersuchungen, der Beschaffenheit der Niederschläge u. s. w. darf seine Beihilfe nicht unterschätzt werden. Das Mikroskopiren ist jedoch eine Sache, die sorgsam erlernt sein will. In's Mikroskop sehen, kann Jedermann; es fragt sich aber, was er sieht und wie er das Gesehene zu deuten versteht. Desshalb vernachlässige man auch bei dem chemischen Unterrichte das Mikroskop nicht, und lehre die jungen Landwirthe den Gebrauch desselben auf das sorgfältigste.

Wie soll man es bei den praktischen Arbeiten mit den Versuchen, die landwirthschaftlich-technischen Gewerbe im Kleinen nachzuahmen, halten? Weiter oben ist es schon angedeutet. Meistentheils läuft die Sache auf eine Spielerei ohne praktischen Zweck und Nutzen hinaus. Das einzige und wohl unstreitig richtige Mittel, den jungen Landwirthen in dieser Richtung wahrhaften Nutzen zu schaffen, ist, dass man sie, nachdem sie mit den chemischen Processen des Fabrikationszweiges vertraut sind, in eine rationell betriebene Zuckerfabrik, Brennerei, Brauerei u. s. w. führt, nicht aber flüchtig durch die Räume hindurchläuft, sondern während des ganzen Betriebes, wenn nöthig mehre Tage, dabei bleibt, so dass der Vorgang, wie er in Wirklichkeit und im Grossen stattfindet, studirt werden kann, nicht aber der angehende Landwirth durch eine im Kleinen mühselig zusammengestellte Carrikatur ganz verkehrte und mangelhafte Anschauungen von dem wirklichen Betriebe erhält. Nirgends sind in dieser Richtung die Verhältnisse so günstig gestaltet, wie an der landwirthschaftlichen Lehranstalt Liebwerd. Durch die Liberalität ihres Protektors Sr. Excellenz des Herrn Grafen Franz von Thun-Hohenstein sind sämmtliche, zahlreiche, unter der Oberleitung des Oberdirektors der Anstalt, Hrn. Wirthschaftsrath A. E. Komers, im rationellsten Betriebe stehende landwirthschaftlich-technische Etablissements der gräflichen Herrschaften als Lehrobjekte der Anstalt zur Verfügung gestellt, so dass den Schülern nicht nur ein vollständiger Einblick in die technischen Manipulationen gewährt wird, sondern auch die so wichtigen Zahlenverhält-

nisse erst die wahre Einsicht in einen praktisch nutzbaren Betrieb gestatten.

An Lehranstalten, wo so günstige Momente nicht obwalten, müssen häufige — auch in Liebwerd nicht vernachlässigte — Exkursionen nach derartigen Etablissements den Mangel an solchen in nächster Nähe zu ersetzen suchen.

Noch eine Frage bleibt zu lösen. Soll man den Schülern ein Buch in die Hand geben? Alles mechanische Lernen soll beim Unterricht verbannt sein, wird aber nicht namentlich bei der qualitativen Analyse und dem Studium des Verhaltens der Körper zu den Reagentien gerade durch ein Buch das mechanische Arbeiten befördert? Liegt nicht bei einem gedruckten Leitfaden die Gefahr nahe, dass der Schüler in Denkfaulheit verfällt, und ohne seinen Leitfaden, oder wo ihn letzterer, wie das ja häufig und unausbleiblich vorkommt, im Stiche lässt, ganz hilflos ist? Diese Gefahr kann nur da eintreten, wo es nicht üblich ist, die Schüler zu fragen, wo der Lehrer sich nicht durch häufiges Examiniren, durch wiederholte Prüfungen die Ueberzeugung verschaffen kann, dass die chemischen Processe, die Gründe, warum dieser Niederschlag, jene Färbung entstehen muss oder wesshalb sie nicht entstanden ist, aus was der Niederschlag besteht u. s. w. u. s. w. verstanden und geistig verarbeitet worden sind, denn die wirksamste Zauberformel, um alle Fähigkeiten und Kräfte in jungen, strebsamen Geistern zu wecken, bleibt immerhin „das freie, lebendige Lehrerwort in seiner immer frischen Kraft, die muntere, einschneidende Frage mit ihrer kräftigen Anregung, der fröhliche, heitere Verkehr mit seinen für Geist und Herz gleich heilsamen Früchten. Keine einseitige Gedächtnissarbeit — Produktion im Empfangen, Schaffen, im Aufnehmen, Selbstthätigkeit im Verarbeiten, Prüfen, Suchen, Auffinden nach kräftiger Geistesarbeit.“

I. Abtheilung.

Reaktionen der Basen.



Kaliumoxyd (Kali) KO.

1. Die Kalisalze färben die Weingeistflamme violett.

2. Das Kali färbt vor dem Löthrohre auf dem Platindrahte die Flamme violett. Ist gleichzeitig Natron vorhanden, so wird die Färbung verdeckt. Betrachtet man in solchem Falle die Flamme durch blaues Glas, so tritt die violette Farbe deutlich hervor.

3. Giesst man in die concentrirte Lösung eines Kalisalzes eine concentrirte Lösung von schwefelsaurer Thonerde und schüttelt die Flüssigkeit, so schlägt sich ein krystallinischer Absatz nieder, welcher, wie man mit der Loupe sehen kann, aus regelmässigen Oktaëdern besteht und Alaun ($KO.SO_3 + Al_2O_3.3SO_3$) ist.

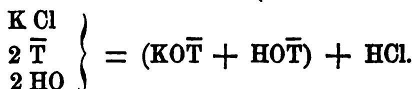
4. Durch Nickeloxydul gelb gefärbtes Boraxglas wird durch Zusatz von Kali blau.

5. Auf Zusatz von Ueberchlorsäure zu Kalisalzen scheiden sich krystallinische Körner von überchlorsaurem Kali ab.

6. Die Pikrinsäure erzeugt in Kalilösungen einen gelben Niederschlag von pikrinsaurem Kali ($C_{12}H_2N_3O_{13}.KO$).

7. Die Kalisalze geben mit einer Lösung von Kieselfluorwasserstoffsäure einen durchsichtigen, gallertartigen Niederschlag von Kieselfluorkalium, der anfangs in der Flüssigkeit nur schwer zu sehen ist, sich aber nach einiger Zeit, in der Ruhe, in Gestalt einer farblosen, fast durchsichtigen Gallerte zu Boden setzt. ($3KFl + 2SiFl_3$).

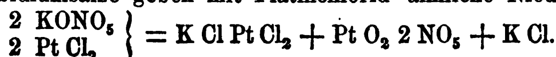
8. In Lösungen von Kalisalzen entsteht durch Weinsäure, welche man im Ueberschusse zu der nicht sehr verdünnten Lösung setzt, nach anhaltendem Schütteln ein weisser krystallinischer Niederschlag aus zweifach weinsaurem Kali (Cremor tartari) bestehend.



$$\left.\begin{matrix} KCl \\ 2\bar{T} \\ 2HO \end{matrix}\right\} = (KO\bar{T} + HO\bar{T}) + HCl.$$

9. Kalisalze geben mit Zweifach-Chlorplatin einen gelben Niederschlag, ein Doppelsalz von Chlorkalium mit Chlorplatin. Dieser Niederschlag entsteht immer, wenn die Kalilösung nicht zu sehr verdünnt ist, scheidet sich aber noch vollständiger ab, wenn die Flüssigkeit mit einer gewissen Menge von Alkohol versetzt wird. Das Doppelsalz, Chlorplatinkalium, wird in der Rothglühhitze zer-

setzt; während das Chlorplatin in Platin und Chlor zerlegt wird, bleibt das Chlorkalium unverändert. Behandelt man den Rückstand mit Wasser, so löst sich nur das Chlorkalium auf. Cäsium-, Thallium- und Rubidiumsalze geben mit Platinchlorid ähnliche Niederschläge.



$$\left.\begin{array}{l}2\ KONO_5\\ 2\ Pt\,Cl_2\end{array}\right\} = K\,Cl\,Pt\,Cl_2 + Pt\,O_2\ 2\,NO_5 + K\,Cl.$$

Natriumoxyd (Natron) Na O.

1. Durch Natronsalze wird die Weingeistflamme intensiv gelb gefärbt. Ein rother Krystall von zweifach chromsaurem Kali erscheint in solcher Flamme farblos und durchsichtig. Betrachtet man die gelbe Natronflamme durch ein blaues Glas, so ist dieselbe nicht mehr wahrzunehmen, weil die gelbe Farbe durch das Glas verschluckt wird. Durch ein grünes Glas betrachtet, erscheint die Flamme orangegelb.

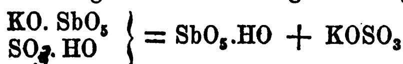
2. Natron färbt vor dem Löthrohr auf Platindraht die Flamme intensiv gelb.

3. Aus neutralen Lösungen von Natronsalzen wird durch metantimonsaures Kali ein weisser Niederschlag von metantimonsaurem Natron gefällt.



$$\left.\begin{array}{l}NaO.\ SO_3\\ KO\ SbO_5\end{array}\right\} = NaO\ SbO_5 + KO.\ SO_3$$

Bei sauren Lösungen wird das Reagens zerlegt:



$$\left.\begin{array}{l}KO.\ SbO_5\\ SO_3.\ HO\end{array}\right\} = SbO_5.HO + KOSO_3$$

Zu beachten ist, dass nur solche Lösungen mit antimonsaurem Kali geprüft werden können, welche keine anderen Basen als Kali und Natron enthalten.

4. In nicht zu verdünnten Lösungen von Natronsalzen giebt Kieselfluorwasserstoffsäure einen weissen Niederschlag von Kieselfluornatrium.

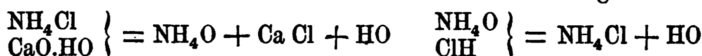
5. Oxalsäure giebt in nicht zu verdünnten Natronsalzlösungen einen weissen krystallinischen Niederschlag von zweifach oxalsaurem Natron.

6. Fällt die Natronflamme auf eine mit Quecksilberjodid und Zinnober bestrichene Fläche, lässt sie diese fahlgelb erscheinen.

Ammoniumoxyd (Ammoniak) NH_4O.

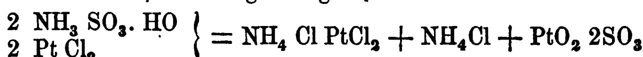
1. Beim Erhitzen mit einem Alkalihydrat oder mit Kalkhydrat entwickeln die Ammoniaksalze Ammoniakgas, welches sich durch

seinen charakteristischen Geruch, selbst wenn es nur in geringer Menge vorhanden ist, leicht entdecken lässt. Befindet sich in einem Gemenge eine so geringe Menge eines Ammoniaksalzes, dass das auf Zusatz von Kalihydrat entwickelte Ammoniak sich durch den Geruch nicht mehr erkennen lässt, so kann man es doch noch durch Eintauchen eines mit Chlorwasserstoffsäure befeuchteten Glasstabes in die Röhre, in welcher man das Ammoniaksalz mit Kalihydrat erwärmt, nachweisen; ist die geringste Menge von Ammoniak vorhanden, so bilden sich um den Glasstab dicke weisse Nebel von Salmiak. Auch kann man kleine Mengen dadurch nachweisen, dass man die sich bildenden Dämpfe auf ein mit salpetersaurem Quecksilberoxydul befeuchtetes Papier leitet, wo sich die Gegenwart des Ammoniaks durch einen schwarzen Fleck zu erkennen giebt.



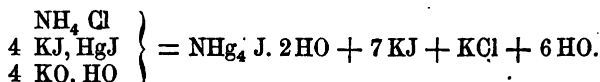
$$\left.\begin{matrix} NH_4Cl \\ CaO.HO \end{matrix}\right\} = NH_4O + Ca\,Cl + HO \qquad \left.\begin{matrix} NH_4O \\ ClH \end{matrix}\right\} = NH_4Cl + HO$$

2. Auf Zusatz von Platinchlorid zu der Lösung eines Ammoniaksalzes fällt ein gelber, krystallinischer Niederschlag Ammonium-Platinchlorid $(NH_4\,Cl\,Pl\,Cl_2)$ zu Boden, ähnlich dem mit Kalisalzen erhaltenen. Diese beiden Niederschläge sind aber leicht von einander zu unterscheiden, weil der durch Ammoniak erhaltene auf Zusatz von Kalihydrat Ammoniak entwickelt, der andere nicht; ferner dadurch, dass das Kaliumplatinchlorid durch Glühen in metallisches Platin und Chlorkalium zerlegt wird, welche beide mit einander vermengt bleiben, so dass man auf Zusatz von Wasser Chlorkalium in Lösung erhält; das Ammoniumplatinchlorid hinterlässt, unter Entwickelung dicker Nebel von Salmiak, metallisches Platin, so dass bei der Behandlung des Rückstandes mit Wasser kein Chlormetall in Lösung übergeht.



$$\left.\begin{matrix} 2\ NH_3\,SO_3.\,HO \\ 2\ Pt\,Cl_2 \end{matrix}\right\} = NH_4\,Cl\,PtCl_2 + NH_4Cl + PtO_2\,2SO_3$$

3. Eine freies Kali enthaltende Lösung von Jodquecksilberkalium *) erzeugt in concentrirteren Lösungen von Ammoniaksalzen sogleich eine gelbbraune Fällung, in selbst sehr verdünnten noch eine hellbraune Trübung von Tetramerkurammoniumjodür.



$$\left.\begin{matrix} NH_4\,Cl \\ 4\ KJ,HgJ \\ 4\ KO.\,HO \end{matrix}\right\} = NHg_4\,J.\,2HO + 7\,KJ + KCl + 6\,HO.$$

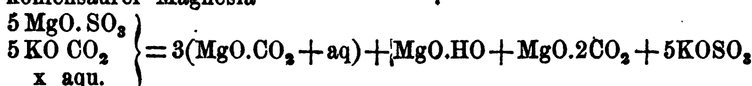
---

*) Man löst 2 grm. Jodkalium in 5 CC Wasser, setzt zu der erwärmten Lösung Quecksilberjodid bis ein Theil ungelöst bleibt, fügt nach dem Erkalten 20 CC Wasser hinzu, filtrirt nach einiger Zeit und versetzt 20 CC des Filtrats mit 30 CC einer concentrirten Kalilauge. Die Flüssigkeit ist in einem gut verschlossenen Gefässe aufzubewahren.

Magnesiumoxyd (Magnesia) MgO.

1. Vor dem Löthrohr lässt sich die Magnesia dadurch nachweisen, dass die Probe mit salpetersaurer Kobaltsolution befeuchtet und stark geglüht, nach dem Erkalten eine fleischrothe Färbung annimmt.

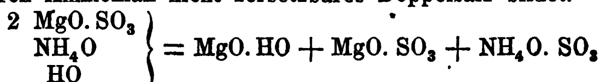
2. Kohlensaures Kali oder kohlensaures Natron bewirken in neutralen Magnesialösungen einen weissen Niederschlag von basisch kohlensaurer Magnesia



$$\left.\begin{array}{l}5\,MgO.SO_3\\5\,KO\,CO_2\\\quad x\ aqu.\end{array}\right\} = 3(MgO.CO_2 + aq) + MgO.HO + MgO.2CO_2 + 5KOSO_3$$

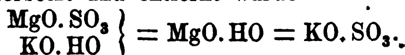
Ammonsalze verhindern diese Fällung und lösen einen schon gebildeten Niederschlag wieder auf.

3. Ammoniak bringt in Lösungen eines Magnesiasalzes, welche weder überschüssige Säure, noch Ammoniaksalze enthalten, einen weissen Niederschlag hervor. Enthält die Lösung eine hinlängliche Menge irgend eines Ammoniaksalzes oder überschüssige Säure, so dass sich ein Ammoniaksalz bilden kann, so wird die Lösung durch Ammoniak nicht getrübt, weil das Magnesiasalz mit Ammoniaksalzen ein durch Ammoniak nicht zersetzbares Doppelsalz bildet.



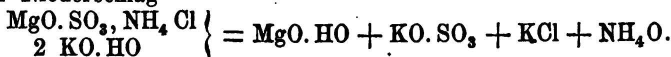
$$\left.\begin{array}{l}2\,MgO.SO_3\\\ \ NH_4O\\\ \ HO\end{array}\right\} = MgO.HO + MgO.SO_3 + NH_4O.SO_3$$

4. Kali, Natron, Aetzbaryt und Aetzkalk fällen aus Magnesialösungen Bittererdehydrat. Ammonsalze verhindern diese Fällung. Wird die Lösung bei Gegenwart von Ammonsalzen mit Kaliüberschuss gekocht, so kommt der Niederschlag zum Vorschein, weil das Ammoniaksalz zersetzt und entfernt wurde



$$\left.\begin{array}{l}MgO.SO_3\\\ KO.HO\end{array}\right\} = MgO.HO = KO.SO_3.$$

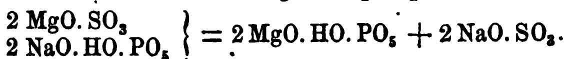
Bei Gegenwart von Chlorammonium bildet sich das lösliche Doppelsalz Mg $O.SO_3$, NH_4Cl. Kocht man dieses mit Kali, so entsteht der Niederschlag



$$\left.\begin{array}{l}MgO.SO_3,NH_4\,Cl\\\ 2\ KO.HO\end{array}\right\} = MgO.HO + KO.SO_3 + KCl + NH_4O.$$

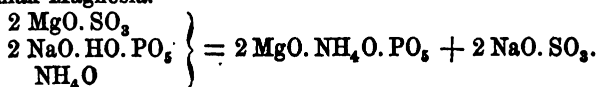
5. Kohlensaures Ammoniak bringt in verdünnten Magnesialösungen und bei Gegenwart von Salmiak keinen Niederschlag hervor. (Unterschied von Baryt, Strontian, Kalk.)

6. Aus nicht zu verdünnten Magnesialösungen fällt phosphorsaures Natron einen Niederschlag von phosphorsaurer Bittererde.



$$\left.\begin{array}{l}2\,MgO.SO_3\\2\,NaO.HO.PO_5\end{array}\right\} = 2\,MgO.HO.PO_5 + 2\,NaO.SO_3.$$

Bei Gegenwart von Salmiak oder Ammoniak entsteht auch aus sehr verdünnten Lösungen auf Zusatz von phosphorsaurem Natron ein weisser krystallinischer Niederschlag von basisch phosphorsaurer Ammoniak-Magnesia.



$$\left.\begin{matrix} 2\,MgO.SO_3 \\ 2\,NaO.HO.PO_5 \\ NH_4O \end{matrix}\right\} = 2\,MgO.NH_4O.PO_5 + 2\,NaO.SO_3.$$

Calciumoxyd (Kalkerde) CaO.

1. Lösliche Kalksalze ertheilen der Alkoholflamme eine gelbrothe Färbung.

2. Kalksalze färben, in die innere Weingeistlöthrohrflamme gebracht, dieselbe gelbroth. Verbindungen mit feuerbeständigen Säuren färben die Flamme nicht. Charakteristisch ist das starke Leuchten beim Glühen des Kalkes in der Löthrohrflamme.

3. Von Ammoniak werden die Kalksalze nicht gefällt, wohl aber durch kohlensaure Alkalien, als kohlensaurer Kalk.

4. Durch Schwefelsäure werden verdünnte Kalklösungen nicht gefällt, doch entsteht sogleich eine Fällung, wenn der Lösung Alkohol zugesetzt wird. Eine concentrirtere Lösung der Kalksalze giebt auf Zusatz von Schwefelsäure sogleich eine Fällung von schwefelsaurem Kalk.

5. Gypslösung bringt in Lösungen von Kalksalzen keinen Niederschlag hervor (Unterschied von Strontian und Barytsalzen).

6. Aus neutralen Lösungen wird der Kalk durch Oxalsäure, aus saurer Lösung durch oxalsaures Ammoniak als oxalsaurer Kalk gefällt.

7. Chlorcalcium wird durch arsenigsaures Ammoniak gefällt. (Chlorstrontium und Chlorbarium nicht.)

8. Neben Baryt und Strontian erkennt man den Kalk dadurch, dass die mit Schwefelsäure versetzte und nach dem Filtriren mit Ammoniak neutralisirte Lösung mit oxalsauren Salzen noch einen Niederschlag gibt.

Strontiumoxyd (Strontianerde) Sr O.

1. In Wasser oder Alkohol lösliche Strontiansalze ertheilen der Weingeistflamme eine intensive carminrothe Färbung.

2. Die innere Weingeistlöthrohrflamme färbt sich durch ein Strontiansalz intensiv roth.

3. Durch kohlensaure Alkalien werden die löslichen Strontiansalze als kohlensaurer Strontian gefällt.

4. Schwefelsäure fällt aus nicht zu verdünnten Lösungen von Strontiansalzen schwefelsauren Strontian als weisses Pulver. Die Fällung wird durch Weingeistzusatz befördert. In Salzsäure und Salpetersäure löst sich der Niederschlag in merklicher Menge.

5. Strontiansalze werden durch arsenigsaures Ammoniak, Strontianwasser durch arsenige Säure nicht gefällt. (Unterschied vom Kalk.)

6. Kieselfluorwasserstoffsäure erzeugt in Strontianlösungen keinen Niederschlag (Unterschied von Baryt).

7. Durch chromsaures Kali werden Strontiansalze nicht gefällt. (Unterschied von Baryt.)

Bariumoxyd (Baryterde) BaO.

1. Die löslichen Barytsalze färben, in die Weingeistflamme gebracht, dieselbe gelblichgrün.

2. Barytsalze färben die innere Weingeist-Löthrohrflamme gelbgrün.

3. Concentrirtere Barytlösungen werden durch Zusatz von viel Salzsäure oder Salpetersäure gefällt, weil Chlorbarium und salpetersaurer Baryt in den wässerigen Lösungen der genannten Säuren nicht löslich sind.

4. Durch Schwefelsäure und schwefelsaure Salze entsteht in Barytsalzlösungen ein weisser, in Säuren unlöslicher Niederschlag von schwefelsaurem Baryt. Da die Bleisalze mit Schwefelsäure einen ähnlichen Niederschlag geben, so unterscheidet man beide dadurch, dass das schwefelsaure Bleioxyd durch Schwefelwasserstoff geschwärzt wird, schwefelsaurer Baryt nicht. Von dem schwefelsauren Strontian kann der schwefelsaure Baryt auf die beim Strontian angegebene Weise unterschieden werden.

5. Durch Ammoniak wird die Lösung der Barytsalze nicht gefällt; kohlensaures Ammoniak, sowie die kohlensauren fixen Alkalien fällen aber kohlensauren Baryt.

6. Barytlösungen werden durch chromsauren Strontian oder chromsaures Kali als gelber chromsaurer Baryt gefällt. (Unterschied von Strontian.)

7. In neutralen Barytlösungen entsteht durch Kieselfluorwasserstoffsäure ein Niederschlag von Kieselfluorbarium, der fast durchsichtig und desshalb erst nachdem er sich abgesetzt hat, deutlich wahrzunehmen ist. Bei Zusatz eines gleichen Volumens Alkohol erfolgt die Fällung rasch und so vollständig, dass das Filtrat bei Zusatz von Schwefelsäure klar bleibt.



$$\left.\begin{matrix} Ba\,Cl \\ Si\,Fl_2,\,H\,Fl \end{matrix}\right\} = Ba\,Fl,\,Si\,Fl_2 + H\,Cl.$$

8. Die neutralen Lösungen der Barytsalze werden durch phosphorsaures Natron gefällt; die sauer reagirenden geben damit erst auf Zusatz von Ammoniak einen Niederschlag. Chlorammonium löst den Niederschlag in deutlich wahrnehmbarer Menge auf.



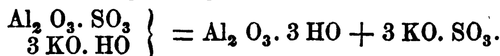
$$\left.\begin{matrix} 2\,Ba\,Cl \\ 2\,NaO\,HO\,PO_5 \end{matrix}\right\} = 2\,Ba\,O.\,HO\,PO_5 + 2\,Na\,Cl.$$

Aluminiumoxyd (Thonerde) $Al_2\,O_3$.

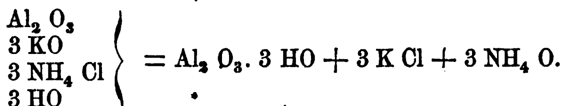
1. Die Thonerdesalze nehmen nach dem Befeuchten mit wenig salpetersaurem Kobaltoxydul beim Erhitzen vor dem Löthrohr eine charakteristisch blaue Farbe an. Die Reaktion ist nur dann entscheidend, wenn die Thonerdeverbindung ziemlich frei von andern Oxyden und wenn sie unschmelzbar oder schwer schmelzbar ist, denn leicht schmelzbare Salze werden durch Kobaltlösung häufig blau, auch wenn keine Thonerde vorhanden ist. Die blaue Masse ist thonsaures Kobaltoxydul.

2. Ammoniak bewirkt in Lösungen von Thonerdesalzen eine Fällung von Thonerdehydrat. Dadurch unterscheiden sie sich von den Alkalien und Erdalkalien. Von den Magnesiasalzen, die dieselbe Reaktion geben, unterscheidet man die Thonerdesalze dadurch, dass erstere nach Zusatz einer hinreichenden Menge von Salmiak durch Ammoniak nicht mehr getrübt werden, während in Thonerdesalzen immer noch ein Niederschlag entsteht.

3. Kali und Natron fällen aus den Lösungen von Thonerdesalzen Thonerdehydrat. Der Niederschlag löst sich in einem Ueberschuss des Fällungsmittels leicht und vollständig auf, wird aber durch Chlorammonium schon in der Kälte, vollständiger beim Erwärmen, wieder niedergeschlagen.



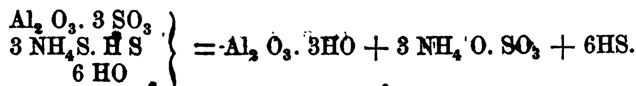
$$\left.\begin{matrix} Al_2\,O_3.\,SO_3 \\ 3\,KO.\,HO \end{matrix}\right\} = Al_2\,O_3.\,3\,HO + 3\,KO.\,SO_3.$$



$$\left.\begin{matrix} Al_2\,O_3 \\ 3\,KO \\ 3\,NH_4\,Cl \\ 3\,HO \end{matrix}\right\} = Al_2\,O_3.\,3\,HO + 3\,K\,Cl + 3\,NH_4\,O.$$

4. Kohlensaure Alkalien fällen aus Thonerdesalzen basischkohlensaure Thonerde, im Ueberschuss der Fällungsmittel nicht oder fast nicht löslich.

5. Durch Schwefelammonium wird die Thonerde aus ihren Lösungen als Hydrat gefällt.



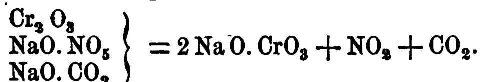
$$\left.\begin{array}{l} Al_2O_3.3SO_3 \\ 3NH_4S.HS \\ 6HO \end{array}\right\} = Al_2O_3.3HO + 3NH_4O.SO_3 + 6HS.$$

6. Setzt man zu der concentrirten und warmen Lösung eines Thonerdesalzes schwefelsaures Kali, so scheiden sich beim Erkalten der Flüssigkeit oktaëdrische Krystalle von Alaun aus. Aus verdünnten Lösungen scheiden sie sich erst nach dem Eindampfen ab.

Chromoxyd Cr_2O_3.

1. Alle Chromoxydverbindungen lassen sich vor dem Löthrohr leicht dadurch erkennen, dass durch sie die Phosphorsalz- und Boraxperle schön smaragdgrün gefärbt wird, die Färbung bleibt in der inneren und äusseren Flamme dieselbe. (Unterschied vom Kupfer.)

2. Wird Chromoxyd oder eine Verbindung desselben mit salpetersaurem und kohlensaurem Natron zusammengeschmolzen, so geht das Chromoxyd in Chromsäure über; man erhält daher gelbes, in Wasser mit intensiv gelber Farbe lösliches chromsaures Natron.



$$\left.\begin{array}{l} Cr_2O_3 \\ NaO.NO_5 \\ NaO.CO_2 \end{array}\right\} = 2NaO.CrO_3 + NO_2 + CO_2.$$

3. Kali und Natron fällen aus den Lösungen der Chromoxydsalze einen grünlich grauen oder graublauen Niederschlag, der in überschüssigem Alkali sich zu einer grünen Flüssigkeit löst; beim Kochen entfärbt sich die Lösung unter Abscheidung von Chromoxydhydrat. Wird die alkalische Lösung mit Chlorammonium versetzt, so wird das gelöste Chromoxydhydrat ebenfalls wieder gefällt.

4. Ammoniak fällt aus den grünen Lösungen der Chromoxydsalze graugrünes, in Säuren mit grüner Farbe lösliches, aus den violetten Lösungen graublaues, in Säuren mit violetter Farbe lösliches Chromoxydhydrat. In überschüssigem Ammoniak lösen sich die Hydrate in der Kälte in geringer Menge zu einer pfirsichblüthrothen Flüssigkeit auf; wird die Lösung nach dem Zusatz von überschüssigem Ammoniak erwärmt, so ist die Fällung vollständig.

5. Kohlensaure Alkalien fällen basisch kohlensaures Chromoxyd, welches sich in einem grossen Ueberschuss der Fällungsmittel löst.

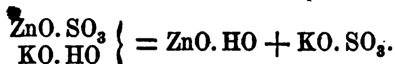
6. Schwefelammonium scheidet aus Chromoxydlösungen Chromoxydhydrat ab.

Zinkoxyd ZnO.

1. Zinkoxydsalze mit kohlensaurem Natron vermischt und der Reduktionsflamme ausgesetzt beschlagen die Kohle mit einem in der Hitze gelben, in der Kälte weissen Anflug von Zinkoxyd.

2. Zinkoxyd giebt mit salpetersaurer Kobaltoxydullösung befeuchtet und geglüht die unter dem Namen Rinman's Grün bekannte grüne Farbe.

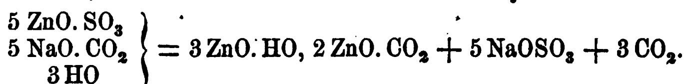
3. Kali, Natron und Ammoniak erzeugen in Zinksalzlösungen einen weissen Niederschlag von Zinkoxydhydrat, der sich im Ueberschuss des Fällungsmittels löst. Die concentrirten alkalischen Lösungen scheiden beim Kochen kein Zinkoxyd aus, die verdünnten thun dies aber



$$\left.\begin{matrix} ZnO.SO_3 \\ KO.HO \end{matrix}\right\} = ZnO.HO + KO.SO_3.$$

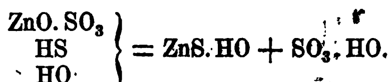
4. Kohlensaures Ammoniak fällt basisch kohlensaures Zinkoxyd, das in überschüssig zugesetztem kohlensaurem Ammoniak und in Salmiak löslich ist.

5. Kohlensaures Natron fällt im Ueberschusse des Fällungsmittels unlösliches basisch kohlensaures Zinkoxyd.



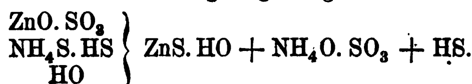
$$\left.\begin{matrix} 5\,ZnO.SO_3 \\ 5\,NaO.CO_2 \\ 3\,HO \end{matrix}\right\} = 3\,ZnO.HO,\ 2\,ZnO.CO_2 + 5\,NaOSO_3 + 3\,CO_2.$$

6. Schwefelwasserstoff bewirkt in sauren Lösungen der Zinkoxydsalze, ausgenommen wenn die Lösung Essigsäure enthält, keinen, in neutralen einen weissen, aus Schwefelzinkhydrat bestehenden Niederschlag.



$$\left.\begin{matrix} ZnO.SO_3 \\ HS \\ HO \end{matrix}\right\} = ZnS.HO + SO_3.HO.$$

7. Schwefelammonium fällt gleichfalls Schwefelzinkhydrat. Durch Salmiak wird die Abscheidung begünstigt.



$$\left.\begin{matrix} ZnO.SO_3 \\ NH_4S.HS \\ HO \end{matrix}\right\} ZnS.HO + NH_4O.SO_3 + HS.$$

Manganoxydul MnO.

1. Die Manganoxydulsalze geben beim Erhitzen mit Borax oder Phosphorsalz in der äusseren Löthrohrflamme ein violettes Glas, das in der inneren Flamme farblos wird.

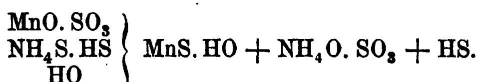
2. Manganoxydulsalze mit kohlensaurem Natron und etwas Salpeter auf dem Platinblech erhitzt, geben eine grüne Masse von mangansaurem Natron. ($NaO.MnO_3$.)

3. Kali, Natron und Ammoniak bewirken in Manganoxydullösungen weissliche, sich an der Luft bald braun färbende Niederschläge. Salmiak verhindert die Fällung durch Ammoniak, weil

sich, ähnlich wie bei der Magnesia, das Ammoniaksalz mit dem Mangansalz zu einer durch Ammoniak nicht fällbaren Verbindung vereinigt.

4. Kohlensaures Kali, Natron oder Ammoniak geben mit Manganoxydulsalzen einen schmutzig weissen Niederschlag von kohlensaurem Manganoxydul, der sich nicht leicht höher oxydirt.

5. Schwefelammonium fällt aus neutralen Manganoxydullösungen wasserhaltiges Schwefelmangan als fleischfarbigen Niederschlag. Die Abscheidung desselben wird durch Zusatz von Salmiak wesentlich begünstigt.



$$\left.\begin{matrix} MnO.SO_3 \\ NH_4S.HS \\ HO \end{matrix}\right\} MnS.HO + NH_4O.SO_3 + HS.$$

6. Kocht man einige Tropfen einer Manganoxydullösung mit überschüssigem unterchlorigsaurem Kali, so bildet sich Mangansuperoxydhydrat, das sich in braunen Flocken abscheidet, und eine darüber stehende, von übermangansaurem Kali rothgefärbte Flüssigkeit.

7. Kocht man Bleihyperoxyd oder Mennige mit überschüssiger chlorfreien Salpetersäure und fügt eine Spur eines Manganoxydulsalzes hinzu, so wird die Flüssigkeit durch gebildete Uebermangansäure purpurroth gefärbt.

Nickeloxydul NiO.

1. Vor dem Löthrohr ertheilen die Nickelverbindungen der Borax- und Phosphorsalzperle in der äusseren Flamme einen Stich in's Rothbraune, die Färbung verschwindet beim Erkalten fast gänzlich. In der inneren Flamme bleibt das Phosphorsalzglas unverändert, das Boraxglas wird aber von reducirtem Nickel getrübt.

2. Mit Soda auf der Kohle geglüht, werden die Nickeloxydulsalze leicht zu einem magnetischen grauen Metallpulver reducirt.

3. Kali und Natron bewirken in Nickeloxydullösungen einen hellgrünen, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlöslichen Niederschlag von Nickeloxydulhydrat.

4. Ammoniak fällt die mit überschüssiger Säure versetzten Nickeloxydullösungen nicht, in neutralen Lösungen tritt nur eine theilweise Fällung ein; durch überschüssiges Ammoniak wird auch dieser Niederschlag mit blauer Farbe gelöst.

5. Kohlensaures Kali und Natron bringen in Nickellösungen hellgrüne Niederschläge von basisch kohlensaurem Nickeloxydul ($NiO.CO_2 + NiO.HO$) hervor.

6. Schwefelammonium giebt mit Nickelsalzen einen schwarzen Niederschlag von Schwefelnickel. Chlorammonium begünstigt die

Ausfällung sehr. Salzsäure löst das Schwefelnickel sehr schwierig, Königswasser beim Erwärmen leicht.

7. Cyankalium erzeugt in den Nickeloxydullösungen einen gelblich grünen Niederschlag von Cyannickel, der sich im Ueberschuss des Cyankaliums leicht auflöst. Die Lösung enthält die Verbindung K Cy + Ni Cy, aus welcher durch Säure Cyannickel unverändert abgeschieden wird. Quecksilberoxyd scheidet aus dieser Lösung alles Nickeloxydul ab, indem sich lösliches Cyanquecksilber bildet. Da das Kobalt sich gegen Cyankalium verschieden verhält, weil das Kobaltidcyankalium durch Quecksilberoxyd nicht gefällt wird, so wendet man Cyankalium und Quecksilberoxyd zur Trennung von Nickel und Kobalt an.

8. Salpetrigsaures Kali unter Zusatz von Essigsäure fällt selbst concentrirte Nickellösungen nicht. (Unterschied von Kobalt.)

Kobaltoxydul CoO.

1. Borax und Phosphorsalz lösen Kobaltverbindungen in der inneren und äusseren Löthrohrflamme zu klaren, prächtig blauen, bei Kerzenlicht violett, bei grossem Kobaltgehalt fast schwarz erscheinenden Gläsern auf.

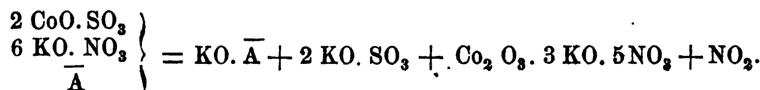
2. Kali und Natron bewirken in Kobaltlösungen blaue Niederschläge von basischen Kobaltsalzen. Dieselben werden an der Luft durch Sauerstoffaufnahme grün, beim Kochen gehen sie in blassrothes, meist durch gebildetes Oxyd missfarbig erscheinendes, alkalihaltiges Kobaltoxydulhydrat über.

3. Ammoniak bringt denselben blauen Niederschlag hervor wie Kali und Natron. Der Niederschlag löst sich im überschüssigen Ammoniak mit brauner Farbe auf, die nach einiger Zeit bei Luftzutritt in eine rothe übergeht. Bei Gegenwart von Ammoniaksalzen wird aus dieser Lösung durch Kali das Kobaltoxydul nicht gefällt. (Unterschied vom Nickel.)

4. Kohlensaure Alkalien geben in Kobaltoxydullösungen einen rosenrothen Niederschlag von kohlensaurem Kobaltoxydul.

5. Phosphorsaure und arsensaure Alkalien fällen die Kobaltsalze pfirsichblüthroth.

6. Salpetrigsaures Kali fällt aus der mit Essigsäure versetzten Lösung eines neutralen Kobaltoxydulsalzes das Kobalt als gelbes Krystallpulver aus salpetrigsaurem Kobaltoxyd-Kali bestehend.



$$\left.\begin{array}{l} 2\,CoO.SO_3 \\ 6\,KO.NO_3 \\ \bar{A} \end{array}\right\} = KO.\bar{A} + 2\,KO.SO_3 + Co_2O_3.3\,KO.5NO_3 + NO_2.$$

7. Schwefelammonium fällt aus neutralen, so wie Schwefelwasserstoff aus alkalischen Lösungen alles Kobalt als schwarzes, wasserhaltiges Schwefelkobalt. Die Fällung wird durch Chlorammonium wesentlich befördert.

Eisenoxydul FeO.

1. Erhitzt man Eisenoxydulsalze mit kohlensaurem Natron gemengt, so bleibt nach dem Abschlämmen ein schwarzes, metallisches Pulver zurück, das vom Magnet angezogen wird.

2. Die Phorphorsalz- und Boraxperle werden durch Eisenoxydulsalze in der innern Flamme grünlich, in der äussern braunroth, beim Erkalten farblos bis dunkelgelb gefärbt.

3. Kali und Natron bringen in Eisenoxydullösungen einen weissen Niederschlag hervor, der sich augenblicklich an der Luft grün färbt, bei längerem Stehen aber sich in Eisenoxydhydrat verwandelt und rostfarbig wird.

4. Ammoniak schlägt aus Eisenoxydullösungen Eisenoxydulhydrat nieder. Ueberschüssiges Ammoniak löst das anfangs gefällte Eisenoxydul wieder auf, aber durch Aufnahme von Sauerstoff trübt sich die Lösung bald und scheidet Eisenoxydhydrat ab. Ammoniaksalze verhindern die Fällung durch Ammoniak.

5. Kohlensaure Alkalien bringen einen weissen Niederschlag von kohlensaurem Eisenoxydul hervor, der sehr geringe Beständigkeit besitzt und bei Zutritt von Sauerstoff sich unter Abgabe der Kohlensäure in Eisenoxydhydrat umwandelt.

6. Schwefelwasserstoff fällt die Eisenoxydulsalze, wenn sie etwas freie Säure enthalten, nicht, aber mit Schwefelammonium geben sie einen schwarzen Niederschlag.

7. Ferrocyankalium gibt einen weissen, an der Luft unter Aufnahme von Sauerstoff schnell blau werdenden Niederschlag.

8. Ferridcyankalium gibt mit Eisenoxydulsalzen sogleich einen dunkelblauen Niederschlag.

9. Gerbstofflösung fällt die Eisenoxydulsalze nicht, aber die Flüssigkeit schwärzt sich schnell an der Luft.

10. Oxalsaures Kali fällt aus Eisenoxydulsalzen ein hellgelbes, oft krystallinisches, in Wasser sehr wenig lösliches Pulver von oxalsaurem Eisenoxydul.

Eisenoxyd Fe_2O_3.

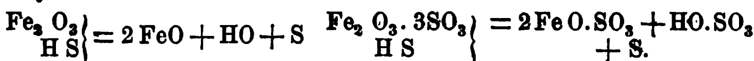
1. Die Eisenoxydsalze zeigen vor dem Löthrohr dasselbe Verhalten wie die Eisenoxydulsalze.

2. Kali, Natron und Ammoniak fällen aus Eisenoxydlösungen voluminöse, rothbraune, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlösliche Niederschläge von Eisenoxydhydrat.

3. Kohlensaure Alkalien fällen gleichfalls rothbraunes Eisenoxydhydrat ($Fe_2O_3 . 3HO$).

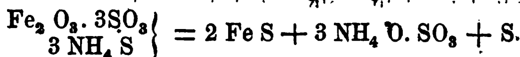
4. Kohlensaurer Baryt fällt schon in der Kälte alles Eisenoxyd als mit basischem Salz gemengtes Eisenoxydhydrat.

5. Schwefelwasserstoff erzeugt in Eisenoxydlösungen eine milchigweisse Trübung von ausgeschiedenem Schwefel, wobei das Oxyd in Oxydul reducirt wird.



$$\left.\begin{matrix} Fe_2O_3 \\ HS \end{matrix}\right\} = 2FeO + HO + S \qquad \left.\begin{matrix} Fe_2O_3 . 3SO_3 \\ HS \end{matrix}\right\} = 2FeO.SO_3 + HO.SO_3 + S.$$

6. Schwefelammonium fällt aus neutralen, wie Schwefelwasserstoff aus alkalischen Eisenoxydlösungen schwarzes, mit Schwefel gemengtes Schwefeleisen. Salmiak begünstigt die Ausscheidung sehr.



$$\left.\begin{matrix} Fe_2O_3 . 3SO_3 \\ 3NH_4S \end{matrix}\right\} = 2FeS + 3NH_4O . SO_3 + S.$$

7. Ferrocyankalium gibt mit Eisenoxydsalzen einen dunkelblauen Niederschlag von Eisencyanürcyanid.

8. Ferridcyankalium färbt Eisenoxydlösungen rothbraun, bewirkt aber keinen Niederschlag.

9. Schwefelcyankalium färbt die verdünntesten Lösungen von Eisenoxyd blutroth.

10. Bernsteinsaure und benzoësaure Alkalien fällen das Eisenoxyd aus seinen Lösungen als brauner Niederschlag.

11. Galläpfeltinktur gibt mit Eisenoxydsalzen eine blauschwarze Fällung.

Silberoxyd AgO.

1. Silbersalze vor dem Löthrohr auf Kohle, mit Soda gemengt, erhitzt, liefern weisse, glänzende, dehnbare Metallkügelchen.

2. Kali und Natron fällen aus Silbersalzen braunes, in überschüssigem Alkali unlösliches Silberoxydhydrat.

3. Ammoniak bewirkt in den neutralen Lösungen der Silberoxydsalze anfänglich einen braunen Niederschlag, der sich im Ueberschuss des Fällungsmittels vollständig wieder auflöst. Enthält die Lösung eine hinreichende Menge freier Säure, so entsteht auf Zusatz von Ammoniak gar kein Niederschlag, weil sich ein durch Ammoniak nicht zersetzbares Doppelsalz von Silberoxyd und Ammoniak bildet.

4. Kohlensaures Kali oder Natron fällen schmutzig weisses kohlensaures Silberoxyd, das in überschüssigem kohlensaurem Alkali sich nicht löst.

5. Kohlensaures Ammoniak fällt gleichfalls kohlensaures Silberoxyd, das sich in überschüssigem kohlensauren Ammoniak löst.

6. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium fällen aus Silberoxydsalzen schwarzes, in Säuren, Alkalien und Schwefelmetallen unlösliches Schwefelsilber, das von kochender Salpetersäure leicht zersetzt und unter Abscheidung von Schwefel gelöst wird.

7. Salzsäure und lösliche Chlormetalle fällen weisses Chlorsilber, das im Lichte violett wird, sich nicht in Salpetersäure, leicht aber in Ammoniak zu Chlorsilber-Ammoniak löst, aus welcher Lösung es durch Säuren wieder ausgeschieden wird.

8. Mit chromsauren Kali geben Silbersalze einen purpurrothen Niederschlag.

9. Phosphorsaure und arsenigsaure Alkalien geben in Silbersalzen einen gelben, arsensaure Alkalien einen rothbraunen Niederschlag.

10. Jodkalium fällt gelbes Jodsilber, das in Ammoniak fast unlöslich ist.

11. Blausäure fällt weisses Cyansilber.

Quecksilberoxydul Hg_2O.

1. Auf trocknem Weg weist man das Quecksilber in Quecksilberverbindungen dadurch nach, dass man etwas von der trocknen Substanz mit kohlensaurem Natron mengt und in einem trocknen Probirglase erhitzt; es bildet sich, wenn Quecksilber vorhanden ist, an den kälteren Theilen der Röhre ein schwarzer Ring, in welchem sich durch die Lupe Quecksilberkügelchen erkennen lassen. Spuren von Quecksilberdampf, die sich an der innern Wand der Glasröhre verdichtet haben, sind mit der Lupe nicht immer zu erkennen. In einem solchen Falle giesst man einen Tropfen Jodtinktur auf den Boden der Glasröhre; nach einigen Stunden ist das Jod vollständig verdunstet, und es hat sich an allen Stellen, wo sich Quecksilber befand, rothes Quecksilberjodid von intensiver Farbe gebildet.

2. Kaustische Alkalien und Ammoniak geben in Quecksilberoxydulsalzen einen schwarzen, in überschüssigem Alkali unlöslichen Niederschlag, welcher beim gelinden Erwärmen kleine metallische Quecksilberkugeln hervortreten lässt. Reibt man denselben auf einem reinen Kupferblech, so wird dieses durch Aufnahme von Quecksilber weiss.

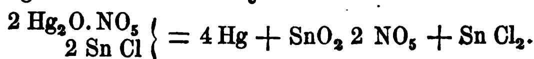
3. Kohlensaure Alkalien geben mit Quecksilberoxydulsalzen einen schmutzig weissen Niederschlag, der beim Erhitzen schwarz wird.

4. Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium geben einen schwarzen, in überschüssigem Schwefelammonium unlöslichen Nieder-

schlag von Schwefelquecksilber, der von kochender Salpetersäure nicht, wohl aber von Königswasser zersetzt und gelöst wird.

5. Durch Chlorwasserstoffsäure oder Chlormetalle wird aus Quecksilberoxydullösungen ein weisser, im Wasser und verdünnten Säuren ganz unlöslicher, in Königswasser und Chlorwasser löslicher Niederschlag von halb Chlorquecksilber (Hg_2Cl) gefällt. Ammoniak und Kali zersetzen diesen Niederschlag und färben ihn schwarz.

6. Zinnchlorür gibt in Quecksilberoxydullösungen einen grauen Niederschlag von metallischem Quecksilber.



$$\left.\begin{array}{r} 2\,Hg_2O.NO_5 \\ 2\,Sn\,Cl \end{array}\right\} = 4\,Hg + SnO_2\,2\,NO_5 + Sn\,Cl_2.$$

7. Jodkalium erzeugt in Quecksilberoxydulsalzen einen grünlich gelben, in überschüssigem Jodkalium löslichen Niederschlag.

Quecksilberoxyd HgO.

1. Auf trocknem Weg lässt sich das Quecksilber in den Quecksilberoxydsalzen ebenso nachweisen, wie bei dem Quecksilberoxydul angegeben wurde.

2. Kali und Natron im Ueberschuss zu Quecksilberoxydsalzen zugesetzt, fällen gelbes Quecksilberoxyd.

3. Ammoniak gibt mit den meisten Quecksilberoxydsalzen einen weissen, stickstoffhaltigen Niederschlag.

4. Kohlensaures Kali gibt einen rothbraunen, im Ueberschuss unlöslichen Niederschlag.

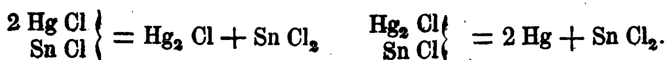
5. Kohlensaures Ammoniak bewirkt eine weisse Fällung.

6. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium bewirken, in geringer Menge zugesetzt, einen weissen Niederschlag, eine Doppelverbindung von Schwefelquecksilber mit dem vorhandenen Quecksilberoxydsalz (z. B. $Hg\,Cl + 2\,HgS$). Fügt man aber grössere Mengen dieser Reagentien zu, so ändert der Niederschlag seine Farbe und geht durch Gelb und Braun allmälig in schwarzes Schwefelquecksilber über, das in kochender Salz- und Salpetersäure unlöslich, in Schwefelkalium und Königswasser aber leicht löslich ist.

7. Durch Chlorwasserstoffsäure oder lösliche Chlormetalle werden Quecksilberoxydsalzlösungen nicht gefällt. (Unterschied von den Quecksilberoxydulsalzen.)

8. Jodkalium gibt einen schön rothen Niederschlag, der sowohl in überschüssigem Jodkalium, als auch in überschüssigem Quecksilberoxydsalz löslich ist.

9. Geringe Mengen Zinnchlorür scheiden aus Quecksilberoxydlösungen Quecksilberchlorür als weisser Niederschlag ab, erst auf Zusatz grösserer Mengen Zinnchlorür wird das Chlorür zu metallischem Quecksilber in Form eines grauen Pulvers reducirt.



$$\left.\begin{matrix}2\,Hg\,Cl\\ Sn\,Cl\end{matrix}\right\} = Hg_2\,Cl + Sn\,Cl_2 \qquad \left.\begin{matrix}Hg_2\,Cl\\ Sn\,Cl\end{matrix}\right\} = 2\,Hg + Sn\,Cl_2.$$

Anmerkung: Salpetersaures Quecksilberoxyd und Quecksilberchlorid verhalten sich nicht gegen alle Reagentien gleich. Phosphorsaures Natron, Harnstoff, saures chromsaures Kali bringen in Quecksilberchlorid keine Niederschläge hervor, wohl aber in salpetersaurem Quecksilberoxyd. Eisenvitriol fällt aus salpetersaurem Quecksilberoxyd metallisches Quecksilber, während Quecksilberchlorid dadurch nicht verändert wird.

Bleioxyd Pb O.

1. Die Bleisalze lassen sich vor dem Löthrohr leicht dadurch nachweisen, dass sie, auf Kohle mit kohlensaurem Natron in der Reduktionsflamme erhitzt, eine kleine Bleikugel geben, welche an ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften leicht zu erkennen ist. Die Kohle beschlägt gleichzeitig mit einem gelben Anflug von Bleioxyd.

2. Kali, Natron und Ammoniak geben einen weissen Niederschlag von Bleioxydhydrat, der in Ammoniak unlöslich, in Kali und Natron schwer löslich ist.

3. Kohlensaure Alkalien geben einen weissen, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlöslichen Niederschlag von kohlensaurem Bleioxyd.

4. Schwefelwasserstoff gibt auch in sauren Bleioxydlösungen einen schwarzen Niederschlag von Schwefelblei. Schwefelammonium bewirkt den nämlichen, in überschüssigem Schwefelammonium unlöslichen Niederschlag. Wird eine Bleilösung durch Schwefelwasserstoff bei Gegenwart von viel freier Salzsäure gefällt, so entsteht zuweilen ein rother Niederschlag von Chlorblei - Schwefelblei, der jedoch durch überschüssigen Schwefelwasserstoff in schwarzes Schwefelblei verwandelt wird.

5. Setzt man zu einer nicht zu verdünnten und warmen Bleilösung Salzsäure oder ein lösliches Chlormetall, so fällt Chlorblei als weisser Niederschlag nieder, welcher beim Erkalten der Flüssigkeit charakteristische Blättchen bildet.

6. Jodkalium fällt aus Bleioxydlösungen gelbes Jodblei.

7. Die Bleisalze geben mit Schwefelsäure oder schwefelsauren Salzen einen weissen, in Wasser unlöslichen Niederschlag von schwefelsaurem Bleioxyd, das sich von dem schwefelsauren Baryt, mit dem es leicht zu verwechseln ist, dadurch unterscheidet, dass es durch Schwefelwasserstoff geschwärzt wird.

8. Mit phosphorsaurem Natron geben die Bleisalze einen weissen, in Essigsäure unlöslichen Niederschlag von phosphorsaurem Bleioxyd ($3\,Pb\,O.\,PO_5$), der beim Erhitzen schmilzt und beim Erkalten krystallinisch erstarrt.

9. Chromsaures Kali erzeugt in Bleisalzen einen gelben, in Kali leicht löslichen Niederschlag vor chromsaurem Bleioxyd.

10. Eisen, Zink und Zinn fällen das Blei aus den Lösungen der Bleioxydsalze metallisch. (Bleibaum.)

Kupferoxyd Cu O.

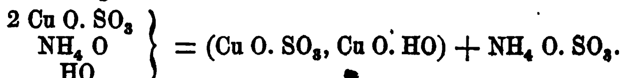
1. Kupferoxydsalze mit Soda gemengt auf Kohle in der innern Löthrohrflamme erhitzt, die Masse dann in einem Mörser mit Wasser zerrieben und das Kohlenpulver abgeschlämmt, zeigen kupferrothe Metallflitterchen von metallischem Kupfer.

2. In der äusseren Löthrohrflamme werden die Borax- und Phosphorsalzperle durch Kupferoxydsalze in der Hitze grün gefärbt, beim Erkalten färben sich die Perlen blau. In der innern Flamme wird die Boraxperle farblos, die Phosphorsalzperle dunkelgrün; beim Erkalten färben sich beide Perlen braunroth von ausgeschiedenem Kupferoxydul.

3. Eine Spur eines Kupferoxydsalzes an einem Platindraht in die innere Löthrohrflamme gehalten, färbt die Flamme schön grün.

4. Kali und Natron geben in Kupferoxydsalzlösungen einen graublauen Niederschlag von Kupferoxydhydrat ($Cu\,O.\,HO$), welcher beim Kochen der Flüssigkeit braunschwarz oder schwarz wird, indem das Oxydhydrat in ein wasserärmeres Hydrat ($3\,Cu\,O.\,HO$) übergeht. Enthält die Kupferoxydlösung Weinsäure oder Zucker, so entsteht beim Zusatz von überschüssiger Kalilauge eine tiefblaue Lösung.

5. Ammoniak in geringer Menge zu neutralen Kupferoxydsalzen hinzugesetzt, bewirkt einen grünlich-blauen Niederschlag, der sich in überschüssigem Ammoniak leicht mit tiefblauer Farbe löst.



$$\left.\begin{array}{r}2\,Cu\,O.\,SO_3\\ NH_4\,O\\ HO\end{array}\right\} = (Cu\,O.\,SO_3,\,Cu\,O.\,HO) + NH_4\,O.\,SO_3.$$



$$\left.\begin{array}{r}Cu\,O.\,SO_3\\ 2\,NH_4\,O\end{array}\right\} = (NH_3.\,Cu\,O,\,NH_4\,O.\,SO_3).$$

Kali bewirkt in einer solchen blauen Lösung in der Kälte erst nach längerem Stehen einen Niederschlag von blauem Oxydhydrat, beim Kochen aber wird dadurch der gesammte Kupfergehalt als schwarzes Oxydhydrat gefällt.

6. Kohlensaure fixe Alkalien fällen aus Kupferoxydlösungen wasserhaltiges basisches kohlensaures Kupferoxyd als grünlich-blauen,

beim Kochen in braunschwarzes Oxydhydrat übergehenden, in Ammoniak zu einer lasurblauen, in Cyankalium zu einer bräunlichen Flüssigkeit löslichen Niederschlag.

7. Kohlensaures Ammoniak verhält sich gegen Kupferoxydsalzlösungen wie reines Ammoniak.

8. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium bringen in Kupferoxydlösungen braunschwarze Niederschläge von in überschüssigem Schwefelammonium etwas, in kochender Salpetersäure und Cyankalium leicht löslichem Schwefelkupfer.

9. Ferrocyankalium bewirkt in den Lösungen der Kupferoxydsalze einen braunrothen Niederschlag, der in sehr verdünnten Lösungen eine Purpurfarbe annimmt. Durch Kali wird der Niederschlag von Ferrocyankupfer zersetzt.

10. Metallisches Eisen überzieht sich in Berührung mit Kupferlösungen, wenn diese concentrirt sind, augenblicklich, bei grosser Verdünnung aber erst nach einiger Zeit mit einem kupferrothen Ueberzug von metallischem Kupfer. Etwas freie Säure beschleunigt die Reaktion.

Wismuthoxyd $Bi\,O_3$.

1. Wismuthoxydsalze auf der Kohle mit Soda erhitzt geben einen röthlich-gelben, nach dem Erkalten gelb werdenden Beschlag und in der Reduktionsflamme spröde, unter dem Hammer zerspringende Körner von metallischem Wismuth.

2. Kali, Natron und Ammoniak fällen weisses, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlösliches Wismuthoxydhydrat.

3. Kohlensaure Alkalien fällen weisses, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlösliches basisch-kohlensaures Wismuthoxyd.

4. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium geben in Wismuthoxydsalzlösungen einen schwarzen, nur in kochender Salpetersäure leicht löslichen Niederschlag von Schwefelwismuth.

5. Durch Wasser werden die neutralen Wismuthsalze unter Abscheidung basischer unlöslicher Salze zerlegt. Der durch Wasserzusatz entstandene blendend weisse Niederschlag löst sich nicht in Weinsteinsäure (Unterschied vom Antimonoxyd). Diese Reaktion ist am schärfsten beim Chlorwismuth.

6. Wismuthoxydsalze werden durch Schwefelsäure nicht gefällt (Unterschied vom Bleioxyd).

7. Chromsaures Kali fällt gelbes, in verdünnter Salpetersäure leicht lösliches, in Kali unlösliches chromsaures Wismuthoxyd.

8. Jodkalium gibt in Wismuthoxydsalzen einen schwarzbraunen Niederschlag, der durch Wasser roth wird.

9. Zink fällt aus Wismuthoxydlösungen das Wismuth als schwammiges Metall.

Cadmiumoxyd CdO.

1. Vor dem Löthrohre lässt sich das Cadmium in Verbindungen dadurch nachweisen, dass die Substanz auf der Kohle mit kohlensaurem Natron erhitzt, die Kohle braunroth beschlägt. In dünnen Lagen ist der Beschlag rothbraun; von der äussersten Grenze des Beschlages an erscheint die Kohle bisweilen pfauenschweifartig angelaufen.

2. Durch die fixen Alkalien wird das Cadmiumoxyd aus seinen Lösungen als im Ueberschuss des Fällungsmittels unlösliches Cadmiumoxydhydrat gefällt.

3. Durch Ammoniak wird aus Cadmiumoxydlösungen gleichfalls Cadmiumoxydhydrat gefällt, welches sich aber in überschüssigem Ammoniak leicht und vollkommen zu einer klaren Flüssigkeit auflöst.

4. Kohlensaure Alkalien bewirken in Cadmiumoxydlösungen weisse, im Ueberschuss des Fällungsmittels unlösliche Niederschläge von kohlensaurem Cadmiumoxyd.

5. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium bewirken gelbe, in verdünnten Säuren, alkalischen Schwefelmetallen, Alkalien und Cyankalium unlösliche Niederschläge von Schwefelcadmium. Kochende Salpetersäure und Salzsäure lösen den Niederschlag leicht.

6. Taucht man Zinkblech in eine Cadmiumoxydlösung, so scheidet sich das Cadmium in krystallinischen Blättchen aus.

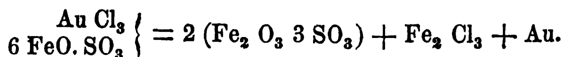
Goldoxyd AuO_3.

1. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium fällen aus Goldchloridlösungen braunschwarzes Goldsulfid, welches sich nicht in Salzsäure oder Salpetersäure oder farblosem Schwefelammonium, wohl aber im Königswasser und in gelbem Schwefelammonium auflöst.

2. Kali und kohlensaures Kali geben bräunliche Niederschläge von Goldoxydkali.

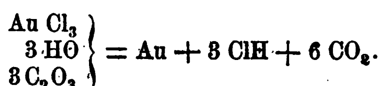
3. Ammoniak erzeugt in neutralen Lösungen einen gelben Niederschlag von Knallgold, der sich in Schwefelammonium auflöst.

4. Zinnchloridhaltiges Zinnchlorür gibt einen purpurfarbenen oder braunen Niederschlag (Goldpurpur), welcher frisch gefällt in Ammoniak mit purpurrother Farbe löslich, in Salzsäure dagegen nicht löslich ist.



$$\left.\begin{array}{r} Au\,Cl_3 \\ 6\,FeO.SO_3 \end{array}\right\} = 2\,(Fe_2\,O_3\,3\,SO_3) + Fe_2\,Cl_3 + Au.$$

5. Phosphor, Zink, Kupfer, Quecksilber, Silber, Platin, Eisenvitriol, Gerbsäure, Oxalsäure, Ameisensäure, Arsen- und Antimonchlorür, schweflige Säure, phosphorige Säure u. s. w., fällen aus dem gelösten Goldchlorid das Gold als braunes metallisches Pulver.



$$\left.\begin{matrix} Au\,Cl_3 \\ 3\,HO \\ 3\,C_2O_3 \end{matrix}\right\} = Au + 3\,ClH + 6\,CO_2.$$

Platinoxyd PtO_2.

1. Alle Platinoxydsalze zersetzen sich in der Hitze und hinterlassen metallisches Platin.

2. Chlorkalium und Chlorammonium (auch Kali und Ammoniak bei Gegenwart von Salzsäure) erzeugen in nicht zu sehr verdünnten Lösungen von Platinchlorid gelbe krystallinische Niederschläge von Kalium- und Ammoniumplatinchlorid, welche in Alcohol fast ganz unlöslich sind.

3. Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium geben schwarze Niederschläge von Schwefelplatin, die sich auf Zusatz von viel Schwefelammonium wieder lösen. In Salzsäure und Salpetersäure ist das Schwefelplatin unlöslich, im Königswasser löslich.

4. Zinnchlorür bewirkt in Platinlösungen, welche viele freie Salzsäure enthalten, eine intensiv dunkelrothbraune Färbung der Flüssigkeit, aber keine Fällung.

5. Jodkalium erzeugt eine purpurrothe Färbung und beim Erhitzen der Flüssigkeit scheidet sich schwarzes Platinjodid aus.

6. Eisen, Zink, Kupfer und die andern unedlen Metalle fällen aus den Platinlösungen metallisches Platin in Gestalt eines schwarzen Pulvers.

Zinnoxydul SnO.

1. Zinnoxydulsalze vor dem Löthrohre auf der Kohle mit kohlensaurem Natron und Cyankalium erhitzt, geben eine geschmolzene Masse, die in einem Mörser mit Wasser fein zerrieben, nach Abschlämmung der Kohle, auf dem Boden weisse dehnbare Metallblättchen zurücklässt.

2. Kali und Natron fällen die Lösung der Zinnoxydulsalze weiss; der Niederschlag löst sich in überschüssigem Kali auf, aber beim Kochen der Lösung scheidet sich wasserfreies Zinnoxydul als schwarzes Pulver ab.

3. Ammoniak gibt einen weissen, in überschüssigem Ammoniak nicht löslichen Niederschlag.

4. Die kohlensauren Alkalien geben, unter Entwicklung von Kohlensäure, weisse Niederschläge, welche in überschüssigem kohlensauren Alkali unlöslich sind und beim Kochen der Flüssigkeit schwarz werden.

5. Schwefelwasserstoff fällt dunkelbraunes Zinnsulphür.

6. Schwefelammonium gibt denselben Niederschlag, der in viel Schwefelammonium, namentlich durch überschüssigen Schwefel gelb gefärbtes, sich auflöst.

7. Goldchlorid bewirkt in Zinnchlorür- oder mit Salzsäure vermischten Zinnoxydulsalzlösungen, wenn denselben in der Kälte etwas Salpetersäure zugesetzt wird, in sehr verdünnten Lösungen einen purpurfarbigen Niederschlag; in concentrirten Lösungen einen braunen Niederschlag von Goldpurpur.

8. Quecksilbersalze werden durch Zinnoxydullösungen zu metallischem Quecksilber reducirt, das sich beim Reiben oder Kochen mit Säuren zu glänzenden Metallkugeln vereinigt.

9. Eisen und Zink fällen das Zinn in grauen, krystallinischen Blättchen aus, welche unter dem Polirstahl die gewöhnliche Farbe und den Glanz des Zinns annehmen.

Zinnoxyd SnO_2.

1. Die Zinnoxydsalze werden vor dem Löthrohr auf Kohle gerade so erkannt wie die Zinnoxydulsalze.

2. Kali und Natron geben einen in überschüssigem Alkali löslichen Niederschlag; beim Kochen scheidet die Lösung kein schwarzes Pulver ab, wie die Zinnoxydullösungen.

3. Ammoniak erzeugt gleichfalls einen weissen Niederschlag von Zinnoxydhydrat, der im Ueberschuss des Fällungsmittels etwas löslich ist.

4. Kohlensaures Kali gibt unter Aufbrausen einen weissen Niederschlag, der sich in überschüssigem kohlensaurem Kali vollständig löst; in kohlensaurem Natron löst sich der Niederschlag nicht vollkommen auf.

5. Schwefelsaures Natron fällt aus Zinnoxydlösungen, wenn sie nicht zu sauer sind, alles Zinn als Oxyd oder Metazinnsäurehydrat. Durch Erhitzen wird die Fällung begünstigt.

6. Schwefelwasserstoff fällt aus sauren und neutralen Zinnoxydlösungen einen bei überschüssiger Zinnoxydlösung weissen, bei überschüssigem Schwefelwasserstoff matt gelben Niederschlag von

wasserhaltigem Zinnsulfid. Erhitzen befördert das Entstehen des Niederschlags, der sich in überschüssigem Schwefelammonium auflöst.

7. Schwefelammonium bewirkt dieselbe Fällung wie Schwefelwasserstoff.

8. Goldchlorid bewirkt in den Lösungen des Zinnoxyds keinen Niederschlag.

9. Eisen und Zink scheiden aus Zinnoxydlösungen metallisches Zinn aus.

Antimonoxyd $Sb\,O_3$.

1. Werden Antimonoxydverbindungen mit Soda und Cyankalium gemengt auf Kohle in der innern Löthrohrflamme erhitzt, so erhält man spröde Kügelchen von metallischem Antimon, welche in der Oxydationsflamme einen weissen krystallinischen Beschlag auf der Kohle geben.

2. Die Antimonlösungen geben mit Kali und Natron weisse Niederschläge, welche in überschüssigem Alkali sich leicht lösen.

3. Ammoniak bringt in Antimonoxydlösungen erst nach einiger Zeit einen Niederschlag hervor, der sich in überschüssigem Ammoniak nicht auflöst.

4. Die kohlensauren Alkalien erzeugen nach einiger Zeit einen weissen Niederschlag von Antimonoxydhydrat, der im Ueberschuss des Fällungsmittels unlöslich ist.

5. Schwefelwasserstoff gibt in sauren Antimonoxydlösungen einen orangefarbenen Niederschlag von Antimonsulfür, leicht löslich in Kali und alkalischen Schwefelmetallen, unlöslich in doppelt kohlensaurem Ammoniak (Unterschied von Schwefelarsen).

6. Schwefelammonium gibt denselben Niederschlag wie Schwefelwasserstoff.

7. Concentrirte Lösungen der Antimonoxydsalze zersetzen sich, mit Wasser zusammengebracht, in basische und saure Salze. Von dem ähnlichen Verhalten der Wismuthsalze unterscheidet man sie dadurch, dass der Antimonniederschlag in Weinsäure löslich ist, der Wismuthniederschlag nicht.

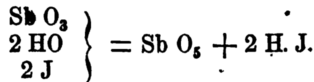
8. Metallisches Zink scheidet aus allen Antimonoxydlösungen, wenn sie keine freie Salpetersäure enthalten, metallisches Antimon als schwarzes Pulver ab.

9. In Legirungen erkennt man das Antimon daran, dass es von Salpetersäure nur oxydirt, nicht gelöst wird; von dem sich gleich verhaltenden Zinn kann es durch das Verhalten des Antimonoxydes gegen Weinsäure unterschieden werden.

10. Mit Jodkalium und Salzsäure zusammengebracht bildet eine Antimonoxydlösung eine hellgelbe Flüssigkeit (Unterschied von Antimonsäure).

11. Antimonoxyd reducirt salpetersaures Silberoxyd-Ammoniak (Unterschied von Antimonsäure).

12. Neutrale Lösungen von Antimonoxydsalzen lösen Jod auf.



$$\left.\begin{array}{c} Sb\,O_3 \\ 2\,HO \\ 2\,J \end{array}\right\} = Sb\,O_5 + 2\,H.\,J.$$

13. Antimonoxydlösungen, in einer Flasche mit Zink und verdünnter Schwefelsäure zusammengebracht, entwickeln Antimonwasserstoff ($Sb\,H_3$); entzündet, verbrennt dasselbe mit bläulich-grüner Flamme, die, gegen einen kalten Körper gerichtet, schwarzes metallisches Antimon ausscheidet. Zum Unterschied von den ähnlichen Arsenflecken lösen sich die Antimonflecken in unterchlorigsaurem Natron nicht oder nur sehr schwer. Andere Unterscheidungsmerkmale werden bei der arsenigen Säure angeführt werden.

II. Abtheilung.

Reaktionen der Säuren.

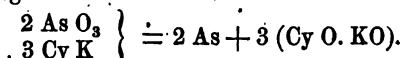


Arsenige Säure $As O_3$.

1. Arsenige Säure, mit etwas Soda gemengt, auf Kohle in der innern Löthrohrflamme erhitzt, verbreitet einen an Knoblauch erinnernden Geruch.

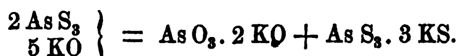
2. Bringt man in die Spitze einer ausgezogenen Glasröhre ein Körnchen $As O_3$, schiebt dann einen Kohlensplitter darüber und erhitzt nun zunächst die Kohle und dann die arsenige Säure, so setzt sich oberhalb der Kohle ein Spiegel von metallischem Arsen ab.

3. Arsenigsaure Salze oder Schwefelarsen mit einem Gemenge von gleichen Theilen trockenen kohlensauren Natron und Cyankalium in einer am Ende zu einer kleinen Kugel aufgeblasenen Glasröhre zusammengeschmolzen, liefern einen Spiegel von metallischem Arsen. Soll die Reaktion gut gelingen, muss das Gemenge vollkommen ausgetrocknet sein.



$$\left.\begin{array}{r}2\,As\,O_3\\ 3\,Cy\,K\end{array}\right\} = 2\,As + 3\,(Cy\,O.\,KO).$$

4. In einer sauern Lösung von arseniger Säure entsteht durch Schwefelwasserstoff ein gelber Niederschlag von Arsensulphid ($As S_3$), löslich in Alkalien, kohlensauren Alkalien und alkalischen Schwefelmetallen.



$$\left.\begin{array}{r}2\,As\,S_3\\ 5\,KO\end{array}\right\} = As\,O_3.\,2\,KO + As\,S_3.\,3\,KS.$$

5. Schwefelammonium bringt den Niederschlag von Arsensulphid nur bei vorhandener überschüssiger freier Säure hervor, ist die Lösung neutral oder alkalisch, so bleibt das Schwefelarsen — Schwefelammonium in Lösung.

6. Salpetersaures Silberoxyd bringt in Lösungen von arsenigsauren Salzen einen gelben, in Salpetersäure und Ammoniak leicht löslichen Niederschlag von arsenigsaurem Silberoxyd ($3\,Ag\,O.\,As\,O_3$) hervor. In wässrigen Lösungen der arsenigen Säure entsteht erst auf Zusatz von etwas Ammoniak ein deutlicher Niederschlag.

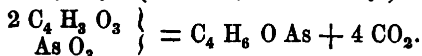
7. In arsenigsauren Salzen bringt schwefelsaures Kupferoxyd einen gelbgrünen Niederschlag von arsenigsaurem Kupferoxyd hervor.

8. Arsenigsaure Alkalien mit überschüssigem Kali oder Natron und geringen Mengen schwefelsauren Kupferoxyds versetzt, geben

eine klare, blaue Lösung, die beim Kochen rothes Kupferoxydul ausscheidet. (Unterschied von der Arsensäure.)

9. (Marsh'sche Probe.) Arsenige Säure oder arsenigsaure Salze mit Zink, Wasser und Schwefelsäure in einer Flasche zusammengebracht, entwickeln Arsenwasserstoff ($As\ H_3$), welches entzündet mit bläulicher Flamme verbrennt und einen weissen Rauch von gebildeter arseniger Säure verbreitet; richtet man die Flamme gegen kalte Körper, z. B. gegen eine Porcellanschale, so scheiden sich ähnlich wie beim Antimon schwarze Flecke aus. Erhitzt man die Glasröhre, durch welche der Arsenwasserstoff geleitet wird, so setzt sich hinter der erhitzten Stelle ein glänzender Arsenspiegel ab. Die Flecke des Arsens sind mehr braunschwarz und stark glänzend, die des Antimons matt und tief schwarz. Hat man Arsen neben Antimon, so leitet man durch die Glasröhre, in welcher sich der Metallspiegel befindet, während man denselben von aussen nach innen erhitzt, trockenes Schwefelwasserstoffgas. Wäre nur Arsen zugegen, würde sich gelbes Schwefelarsen in der Röhre bilden, bei Gegenwart von blossem Antimon orangerothes oder schwarzes Schwefelantimon; sind beide Schwefelmetalle vorhanden, so setzt sich das flüchtigere Schwefelarsen immer vor das minder flüchtige Schwefelantimon. Leitet man jetzt durch die Röhre trockenes Chlorwasserstoffgas ohne zu erwärmen, so verflüchtigt sich das Schwefelantimon, das Schwefelarsen bleibt zurück.

10. Wird arsenige Säure mit trockenem essigsaurem Kali erhitzt, so entwickelt sich ein durchdringender, höchst widerlicher Geruch von Kakodyloxyd (Alkarsin, Arsenmethyl). $C_4\ H_6\ As\ O$.



$$\left.\begin{matrix} 2\ C_4\ H_3\ O_3 \\ As\ O_3 \end{matrix}\right\} = C_4\ H_6\ O\ As + 4\ CO_2.$$

11. Arsenige Säure gibt mit Kalkwasser einen weissen Niederschlag von arsenigsaurem Kalk $2\ Ca\ O.\ As\ O_3$.

Arsensäure $As\ O_5$.

1. Vor dem Löthrohr verhalten sich die Arsensäure und arsensauren Salze wie die arsenige Säure und arsenigsauren Salze.

2. Leitet man Schwefelwasserstoff in eine freie Säure enthaltende Lösung eines arsensauren Salzes, so muss zunächst die Arsensäure zu arseniger Säure reducirt werden, ehe der gelbe Niederschlag von Arsensulphid entsteht; die Einwirkung erfolgt nie sogleich, durch Erwärmen wird sie befördert. Setzt man vorher schweflige Säure hinzu, so entsteht der gelbe Niederschlag sogleich, weil durch dieselbe die Arsensäure unter Bildung von Schwefelsäure zu arseniger Säure reducirt wurde.



$$\left.\begin{array}{l} As\,O_5 \\ .\,2\,S\,O_2 \end{array}\right\} = As\,O_3 + 2\,SO_3.$$

3. Durch Schwefelammonium geht die Ausfällung des Schwefelarsens aus gelöster sauren Arsensäureverbindung rascher vor sich als durch Schwefelwasserstoff.

4. Arsensäure oder lösliche arsensaure Salze bringen in einer Mischung von schwefelsaurer Magnesia, Chlorammonium und Ammoniak einen krystallinischen Niederschlag von arsensaurer Ammoniak-Magnesia ($2\,MgO.\,NH_4O.\,As\,O_5 + 12\,HO$) hervor, welcher in Salpetersäure gelöst, mit salpetersaurem Silberoxyd und dann etwas Ammoniak vorsichtig versetzt, einen braunrothen Niederschlag von arsensaurem Silberoxyd gibt.

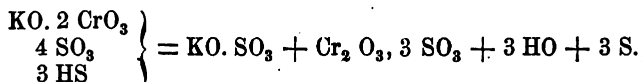
5. Salpetersaures Silberoxyd gibt mit denselben Vorsichtsmassregeln wie bei der arsenigen Säure angewendet, in der Arsensäure einen rothbraunen, in Salpetersäure und Ammoniak löslichen Niederschlag von arsensaurem Silberoxyd.

Chromsäure CrO_3.

1. Vor dem Löthrohr zeigen die Chromsäuresalze dieselbe Reaktion wie die Chromoxydsalze.

2. Unlösliche chromsaure Salze mit kohlensaurem und salpetersaurem Natron zusammengeschmolzen, liefern, mit Wasser ausgezogen, eine gelb gefärbte Lösung eines chromsauren Alkalis.

3. Leitet man in eine angesäuerte Lösung eines chromsauren Salzes Schwefelwasserstoff, so wird die Chromsäure unter Abscheidung von Schwefel zu grünem Chromoxyd reducirt. Erwärmen befördert die Reaktion.



$$\left.\begin{array}{l} KO.\,2\,CrO_3 \\ 4\,SO_3 \\ 3\,HS \end{array}\right\} = KO.\,SO_3 + Cr_2\,O_3,\,3\,SO_3 + 3\,HO + 3\,S.$$

4. Durch schweflige Säure, Salzsäure und Alkohol, Weinsteinsäure u. s. w., wird die gelbe Chromsäure zu grünem Chromoxyd reducirt.

5. Salpetersaures Silberoxyd gibt in chromsauren Salzen einen dunkelpurpurrothen, in Ammoniak und Salpetersäure löslichen Niederschlag von chromsauren Silberoxyd. ($AgO.\,CrO_3$.)

6. Essigsaures Bleioxyd gibt in chromsauren Salzen einen gelben, in Kali löslichen, in Salpetersäure schwer löslichen, in Essigsäure unlöslichen Niederschlag von chromsauren Bleioxyd ($PbO.\,CrO_3$), der durch Kochen mit Alkalien in das rothe basische Salz übergeht. ($2\,PbO.\,CrO_3$.)

7. Chlorbarium bringt in chromsauren Salzen einen gelblichen, in Salz- und Salpetersäure löslichen Niederschlag von chromsauren Baryt hervor. ($BaO.CrO_3$.)

8. Bringt man wenig Chromsäure mit Wasserstoffhyperoxyd in wässriger Lösung zusammen, so färbt sich letztere tiefblau; auf Aetherzusatz wird dieser Lösung der Farbstoff entzogen und schwimmt als dunkelblaue Schicht über der wässerigen Flüssigkeit. Diese Reaktion ist sehr empfindlich. Die Zusammensetzung der blauen Verbindung ist unbekannt.

9. Mit Quecksilberoxydulsalzen gibt die Chromsäure einen ziegelrothen Niederschlag von $4 Hg_2O . 3 CrO_3$.

10. Mit Kochsalz und Schwefelsäure erhitzt, entwickeln die chromsauren Salze gelbrothe Dämpfe von Chlorchromsäure.

11. Salpetersaures Wismuthoxyd gibt mit chromsauren Salzen einen gelben Niederschlag.

Schwefelsäure SO_3.

1. Schwefelsaure Salze, vor dem Löthrohr mit Soda in der Reduktionsflamme erhitzt, werden zu Schwefelnatrium reducirt, das auf ein Silberblech gebracht und mit verdünnter Salzsäure befeuchtet, durch das sich entwickelnde Schwefelwasserstoff einen schwarzen Fleck von Schwefelsilber gibt.

2. Chlorbarium gibt in Lösungen schwefelsaurer Salze einen weissen, in Säuren unlöslichen Niederschlag von schwefelsaurem Baryt.

3. Essigsaures Bleioxyd gibt mit gelösten schwefelsauren Salzen einen weissen, in heisser concentrirter Salzsäure löslichen Niederschlag von schwefelsaurem Bleioxyd.

Schweflige Säure SO_2.

1. Stärkere Säuren treiben aus den schwefligsauren Salzen die schweflige Säure unter Aufbrausen aus.

2. Chlorbarium gibt in Lösungen schwefligsaurer Salze einen weissen, in Wasser unlöslichen, in Salzsäure leicht löslichen Niederschlag von schwefligsaurem Baryt.

3. Schwefelwasserstoff zersetzt die freie schweflige Säure unter Abscheidung von Schwefel.

4. Essigsaures Bleioxyd gibt in schwefligsauren Salzlösungen einen weissen, in verdünnter Salzsäure löslichen Niederschlag von schwefligsaurem Bleioxyd.

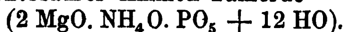
Phosphorsäure $PO_5 . 3 HO$.

1. Salpetersaures Silberoxyd gibt in Lösungen dreibasisch phosphorsaurer Salze einen gelben in Salpetersäure und Ammoniak löslichen Niederschlag von $3 AgO . PO_5$.

2. Essigsaures Bleioxyd gibt einen weissen Niederschlag ($3 PbO . PO_5$), der, auf Kohle vor dem Löthrohr erhitzt, zu einer eckig krystallisirenden Perle erstarrt.

3. Chlorbarium bewirkt in neutralen oder basischen phosphorsauren Salzen einen weissen, in Salz- und Salpetersäure löslichen Niederschlag von phosphorsaurem Baryt.

4. Eine Mischung von schwefelsaurer Magnesia, Chlorammonium und Ammoniak zu gelösten phosphorsauren Salzen zugesetzt, bewirkt auch bei grosser Verdünnung einen weissen, krystallinischen, leicht zu Boden sinkenden, in Säuren leicht löslichen Niederschlag von basisch phosphorsaurer Ammon-Talkerde



$$(2 MgO . NH_4O . PO_5 + 12 HO).$$

Arsensäure gibt eine ganz ähnliche Reaktion.

5. Vermischt man die Auflösung eines phosphorsauren Salzes mit molybdänsaurem Ammoniak und dann mit Salpetersäure und erwärmt, aber nicht über 40°C, so färbt sich die Lösung gelb, und es entsteht sogleich oder nach einiger Zeit eine gelbe Fällung von Phosphorsäure haltigem molybdänsaurem Ammoniak, löslich in Ammoniak. Nie setze man überschüssige Phosphorsäure zu, da der Niederschlag nur bei Gegenwart von überschüssiger Molybdänsäure in verdünnten Säuren unlöslich ist; ebenso wenig betrachte man eine blosse Gelbfärbung der Flüssigkeit als Reaktion auf Phosphorsäure. (Kieselsäure gibt beim Erhitzen eine starke Gelbfärbung, aber keinen Niederschlag.) Gegenwart von Salzsäure beeinträchtigt die Empfindlichkeit der Reaktion, bei Anwendung von Salzsäure statt Salpetersäure tritt sie überhaupt nicht ein. Die Reaktion empfiehlt sich, wenn man auf kleine Mengen Phosphorsäure zu prüfen hat (Gebirgsarten, Ackererden etc.). Arsensäure zeigt ein ähnliches Verhalten.

6. Wird zu einer schwach mit Salz- oder Salpetersäure angesäuerten Lösung eines phosphorsauren Salzes, essigsaures Natron im Ueberschuss und dann einige Tropfen Eisenchlorid hinzugesetzt, so erhält man einen gelblich weissen, flockig-gelatinösen Niederschlag von phosphorsaurem Eisenoxyd ($Fe_2 O_3 . PO_5 + 4 HO$). Arsensäure verhält sich der Phosphorsäure gleich.

Borsäure BO_3.

1. Salpetersaures Silberoxyd gibt mit neutralen borsauren Salzen einen gelblich weissen ($AgO . BO_3 + HO$), mit sauren einen

weissen Niederschlag ($3 AgO. 4 BO_3$), welche beide sich in Salpetersäure und Ammoniak auflösen.

2. Chlorbarium gibt in borsauren Salzen einen weissen, in Säuren und Ammoniaksalzen löslichen Niederschlag, und zwar in neutralen Salzen von der Zusammensetzung $BaO. BO_3 + HO$, in sauren $3 BaO, 5 BO_3 + 6 HO$.

3. In wässrigen, concentrirten, warmen Borsäurelösungen scheidet sich auf Zusatz von Schwefelsäure oder Salzsäure die Borsäure krystallinisch aus.

4. Freie Borsäure ertheilt der Alkoholflamme eine grüne Färbung; hat man borsaure Salze, so entsteht die Färbung erst auf Zusatz von nicht zu wenig concentrirter Schwefelsäure.

5. Versetzt man eine Lösung von Borsäure oder eines borsauren Salzes mit Salzsäure und taucht Curcumapapier ein, so wird dasselbe braun gefärbt.

Oxalsäure $C_4 O_6$.

1. Salpetersaures Silberoxyd gibt in gelösten oxalsauren Salzen einen weissen, in concentrirter Salpetersäure und Ammoniak löslichen Niederschlag von oxalsaurem Silberoxyd.

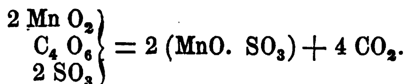
2. Chlorbarium gibt einen weissen, in Salpetersäure löslichen und durch Ammoniak aus der salpetersauren Lösung wieder fällbaren Niederschlag von oxalsaurem Baryt.

3. Lösliche Kalksalze erzeugen in oxalsauren Salzen einen weissen, in Essigsäure unlöslichen, in Salz- und Salpetersäure löslichen Niederschlag von oxalsaurem Kalk.

4. Schwefelsäure bräunt die Oxalsäure nicht; erwärmt man, so entwickelt sich Kohlensäure und Kohlenoxyd.

5. Goldsalze werden durch die Oxalsäure reducirt.

6. Befeuchtet man ein Gemenge von Oxalsäure und Braunstein mit Schwefelsäure, so entweicht Kohlensäure.



$$\left.\begin{matrix} 2\,Mn\,O_2 \\ C_4\,O_6 \\ 2\,SO_3 \end{matrix}\right\} = 2\,(MnO.\ SO_3) + 4\,CO_2.$$

Fluorwasserstoffsäure H. Fl.

1. Erhitzt man ein Fluormetall mit Phosphorsalz am Ende einer an beiden Seiten offenen Glasröhre in der Art, dass die Flamme theilweise in die Röhre hineinschlägt, so entwickelt sich, mit den Wasserdämpfen, Fluorwasserstoffsäure, welche Fernambuk-

papier strohgelb färbt und auf dem Glase, nach dem Verdampfen, einen matten Fleck hinterlässt.

2. Erwärmt man ein feinpulverisirtes Fluormetall mit concentrirter Schwefelsäure in einem Platintiegel und deckt auf denselben eine mit Wachs überzogene und hie und da radirte Glastafel, so zeigen sich nach einiger Zeit die radirten Stellen geätzt und matt. Bei sehr geringen Mengen Fluor werden die matten Stellen erst beim Anhauchen der gut abgetrockneten Glasfläche sichtbar.

3. Chlorbarium gibt in löslichen Fluormetallen einen voluminösen, weissen, in Salzsäure und Salpetersäure in grösseren Mengen löslichen Niederschlag von Fluorbarium.

4. Chlorcalcium gibt mit löslichen Fluormetallen einen gallertartigen Niederschlag von Fluorcalcium, der beim Erwärmen und auf Zusatz von Ammoniak sichtbarer wird und der in Ammoniaksalzen und verdünnter Salz- und Salpetersäure ein wenig löslich ist.

5. Essigsaures Bleioxyd gibt einen weissen, in Salpetersäure löslichen Niederschlag von Fluorblei.

Kohlensäure CO_2.

1. Alle kohlensauren Salze werden von den freien Säuren mit Ausnahme der Cyanwasserstoffsäure und Schwefelwasserstoffsäure zerlegt, die Kohlensäure entweicht unter Aufbrausen geruchlos und röthet vorübergehend feuchtes Lackmuspapier. Taucht man einen mit Barytwasser befeuchteten Glasstab in das Gas, so trübt sich das Barytwasser.

2. Chlorcalcium und Chlorbarium bringen mit neutralen kohlensauren Alkalien sogleich, mit doppelt kohlensauren erst beim Kochen Niederschläge von kohlensaurem Kalk oder Baryt hervor.

3. Quecksilberchlorid gibt mit neutralen kohlensauren Salzen eine ziegelrothe Fällung.

4. Essigsaures Bleioxyd gibt in löslichen kohlensauren Salzen einen weissen Niederschlag von kohlensaurem Bleioxyd.

Kieselsäure $Si O_3$.

1. Schmilzt man eine, Kieselsäure enthaltende, Substanz mit Phosphorsalz am Platindraht, so scheidet sich, während sich die Basen lösen, die Kieselsäure aus und schwimmt in der klaren Perle als mehr oder weniger durchscheinende Masse, die man Kieselskelett genannt hat, herum.

2. Gelöste kieselsaure Salze geben mit Kalk-, Baryt-, Bleioxyd- und Silberoxydsalzen weisse, in verdünnter Salz- oder Salpetersäure

lösliche, von concentrirten Säuren unter Abscheidung von Kieselsäure zersetzbare Niederschläge.

3. Salmiak und kohlensaures Ammoniak schlagen aus den gelösten kieselsauren Alkalien die Kieselsäure gallertartig oder flockig nieder.

4. Kalk- oder Barytwasser oder eine Auflösung von Thonerde in Kali oder von Zinkoxyd in Ammoniak fällen kieselsaure Doppelsalze.

5. Schmilzt man unlösliche kieselsaure Verbindungen mit 4 Theilen kohlensaurem Natron - Kali, kocht dann die Masse mit Wasser aus, und filtrirt, so ist im Filtrat kieselsaures Alkali gelöst. Setzt man zu der aufgeweichten Masse, ohne zu filtriren, Salz- oder Salpetersäure bis zur stark sauren Reaktion hinzu, verdampft zur Trockene, erhitzt gelinde bis keine sauren Dämpfe mehr entweichen, befeuchtet den Rückstand mit Salzsäure, erwärmt mit Wasser und filtrirt, so bleibt die Kieselsäure ungelöst als weisses Pulver auf dem Filter.

Chlorwasserstoffsäure H Cl.

1. Bringt man in eine reichlich mit Kupferoxyd versehene Phosphorsalzperle eine Spur einer Chlor enthaltenden Substanz und erhitzt in der Reduktionsflamme, so bemerkt man um die Perle eine schöne, in's Purpurrothe ziehende Flamme.

2. Salpetersaures Silberoxyd gibt in löslichen Chlormetallen einen weissen käsigen, am Licht sich violett färbenden, in Ammoniak löslichen und aus dieser Lösung durch Salpetersäure wieder fällbaren Niederschlag von Chlorsilber.

3. Salpetersaures Quecksilberoxydul und essigsaures Bleioxyd in nicht zu verdünnten Lösungen geben weisse Niederschläge von Quecksilberchlorür und Chlorblei.

4. Chlormetalle entwickeln mit Braunstein und Schwefelsäure erhitzt Chlorgas, erkennbar am Geruch, Farbe und seiner Pflanzenfarben bleichenden Eigenschaft.

5. Mit trocknem chlorsaurem Kali und concentrirter Schwefelsäure gelinde erwärmt, entwickeln die Chlormetalle braunrothe Dämpfe von Chlorchromsäure ($Cr\ O_2\ Cl$), welche sich in Ammoniak mit gelber Farbe auflösen. (Unterschied von Brom- und Jodmetallen.)

Jodwasserstoffsäure H J.

1. Eine mit Kupferoxyd gesättigte Phosphorsalzperle mit einer Jod enthaltenden Substanz versetzt und in der innern Löthrohrflamme geglüht, färbt die Flamme intensiv grün.

2. Erhitzt man trockene, Jod enthaltende Substanzen in einem Probirgläschen mit Eisenchloridlösung oder mit zweifach schwefelsaurem Kali, so entwickeln sich violette Joddämpfe.

3. Setzt man zu einer Jod enthaltenden Lösung einige Tropfen eines Gemisches aus rother rauchender Salpetersäure und Schwefelsäure und dann etwas Stärkekleister, so färbt sich derselbe je nach der Concentration violett oder tiefblau. Die Reaktion muss in der Kälte vorgenommen werden, da in der Wärme die blaue Farbe des Stärkemehls verschwindet.

4. Versetzt man eine jodhaltige Flüssigkeit mit Eisenchlorid und dann mit etwas Schwefelkohlenstoff oder Chloroform, so erscheint der Schwefelkohlenstoff von gelöstem Jod schön violett gefärbt.

5. Salpetersaures Silberoxyd gibt in Lösungen der Jodmetalle einen gelblichen, in Ammoniak fast unlöslichen Niederschlag von Jodsilber.

6. Quecksilberchlorid gibt in Jodmetalllösung einen schönen rothen Niederschlag von Quecksilberjodid.

7. Palladiumchlorür erzeugt in aufgelösten Jodmetallen einen schwarzen Niederschlag von Palladiumjodür.

8. Erhitzt man ein Jodmetall mit Braunstein und Schwefelsäure, so entweichen violette Joddämpfe.

Schwefelwasserstoffsäure H_2S.

1. Schmilzt man ein Schwefelmetall mit Kali im Platinlöffel zusammen, löst die Masse dann in Wasser und stellt ein Stückchen blankes Silber hinein, so färbt sich dies beim Erwärmen von gebildeten Schwefersilber braunschwarz.

2. Erhitzt man ein Schwefelmetall in einer an beiden Enden offenen Glasröhre, so entwickelt sich schweflige Säure, die einmal am Geruch, dann aber dadurch erkennbar ist, dass sie ein in die Röhre geschobenes blaues Lackmuspapier röthet.

3. Die in Wasser löslichen Schwefelmetalle, dann Schwefeleisen, Schwefelmangan und Schwefelzink, entwickeln auf Zusatz verdünnter Mineralsäure Schwefelwasserstoff, welcher einmal durch seinen specifischen Geruch, dann dadurch, dass er Bleipapier schwarz färbt, leicht erkannt wird. Höhere Schwefelverbindungen scheiden gleichzeitig einen weissen Niederschlag von feinvertheiltem Schwefel aus, der beim Erhitzen leicht als solcher sich zu erkennen gibt.

4. Bringt man durch Salzsäure nicht zerlegbare Schwefelmetalle mit Eisen und verdünnter Salzsäure zusammen, so entweicht mit

dem Wasserstoff Schwefelwasserstoff, der, wie in 3. angegeben, erkannt wird.

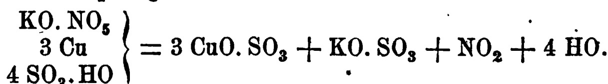
5. Salpetersaures Silberoxyd und essigsaures Bleioxyd geben schon mit sehr geringen Mengen Schwefelwasserstoff einen schwarzen Niederschlag von Schwefelsilber oder Schwefelblei. Am empfindlichsten ist eine Lösung von Bleioxyd in Natronlauge.

6. Versetzt man eine Schwefelwasserstoff enthaltende Flüssigkeit mit Natronlauge, dann mit Nitroprussidnatrium, so färbt sich die Lösung schön rothviolett.

Salpetersäure NO_5.

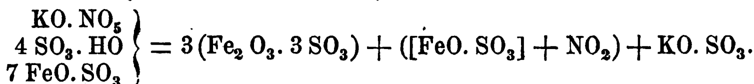
1. Salpetersaure Salze, auf glühende Kohlen geworfen, verpuffen. Noch heftiger, wenn sie mit Cyankalium gemischt auf Platinblech erhitzt werden.

2. Erhitzt man ein salpetersaures Salz mit metallischem Kupfer und Schwefelsäure in einem Proberöhrchen, so entwickeln sich rothe Dämpfe von salpetriger Säure.



$$\left.\begin{array}{c} KO.NO_5 \\ 3\,Cu \\ 4\,SO_3.HO \end{array}\right\} = 3\,CuO.SO_3 + KO.SO_3 + NO_2 + 4\,HO.$$

3. Versetzt man ein gelöstes salpetersaures Salz mit concentrirter reiner Schwefelsäure, lässt erkalten und setzt dann vorsichtig eine Lösung von Eisenvitriol zu, so bildet sich an der Stelle, wo sich die beiden Schichten berühren, je nach der Menge der Salpetersäure eine violette, amethystrothe oder auch schwarzbraune Färbung, herrührend von einer Verbindung des entstandenen Stickstoffoxydes mit dem Eisenoxydulsalz.



$$\left.\begin{array}{c} KO.NO_5 \\ 4\,SO_3.HO \\ 7\,FeO.SO_3 \end{array}\right\} = 3(Fe_2O_3.3\,SO_3) + ([FeO.SO_3] + NO_2) + KO.SO_3.$$

4. Setzt man zu kochender chlorfreier Salzsäure einige Tropfen verdünnter schwefelsaurer Indigolösung und dann etwas trockene Substanz eines salpetersauren Salzes und kocht, so entfärbt sich die vorher blau gefärbte Lösung.

Weinsteinsäure $C_8H_4O_{10}\,2\,HO$.

1. Weinsteinsäure und weinsteinsaure Salze verkohlen beim Erhitzen auf Platinblech und verbreiten einen charakteristischen, an gebrannten Zucker erinnernden Geruch.

2. Wässrige Lösungen von Weinsteinsäure und neutralen weinsteinsauren Salzen werden durch überschüssiges Kalkwasser und durch Chlorcalciumlösung weiss gefällt; der Niederschlag ist in Ammoniaksalzen und in kalter Kalilauge löslich. Beim Erhitzen trübt sich die Kalklösung gallertartig, wird aber beim Erkalten wieder klar.

3. Kalisalze geben, mit Weinsteinsäure anhaltend geschüttelt, einen weissen, krystallinischen, in Alkalien und Mineralsäuren löslichen Niederschlag von saurem weinsteinsauren Kali. Durch Alkoholzusatz wird die Empfindlichkeit der Reaktion befördert.

4. Salpetersaures Silberoxyd gibt in neutralen weinsteinsauren Salzen einen weissen, in Salpetersäure und Ammoniak leicht löslichen, beim Kochen durch reducirtes Silber schwarz werdenden Niederschlag von weinsteinsaurem Silberoxyd.

5. Essigsaures Bleioxyd bringt in Weinsteinsäure und weinsteinsauren Salzen einen weissen, in Salpetersäure und Ammoniak leicht löslichen Niederschlag von weinsteinsaurem Bleioxyd hervor.

6. Die Weinsteinsäure verhindert die Fällung von Eisenoxyd, Kupferoxyd, Manganoxydul oder Thonerde durch Alkalien, da sich weinsteinsaure Doppelsalze bilden, welche von Alkalien nicht zersetzt werden.

Essigsäure $C_4 H_3 O_3 . HO$.

1. Werden trockene essigsaure Salze in einem Probröhrchen erhitzt, so bildet sich das charakteristisch riechende, brennbare Aceton.



$$2 C_4 H_3 O_3 = C_6 H_6 O_2 + 2 CO_2.$$

2. Erhitzt man Essigsäure oder ein essigsaures Salz mit überschüssiger Schwefelsäure und Alkohol, so entsteht der durch seinen Geruch leicht zu erkennende Essigäther.

3. Eisenoxydsalze geben mit den Auflösungen essigsaurer Salze eine tief dunkelrothe Färbung, die auf Zusatz von Salzsäure wieder verschwindet. Wird diese Lösung erhitzt, oder setzt man überschüssiges Ammoniak hinzu, so wird alles Eisenoxyd herausgefällt.

4. Salpetersaures Silberoxyd und salpetersaures Quecksilberoxydul geben mit neutralen essigsauren Salzen weisse, in Wasser sehr schwer lösliche Niederschläge von essigsaurem Silberoxyd resp. essigsaurem Quecksilberoxydul.

5. Die beim Arsen angegebene Kakodylprobe hat die Essigsäure mit der Buttersäure gemein.

Eichengerbsäure $C_{56} H_{22} O_{34}$.

1. Mineralsäuren fällen die Gerbsäure aus ihrer wässrigen Lösung breiartig.

2. Eisenoxydsalze geben mit Gerbsäure einen blauschwarzen Niederschlag.

3. Eisenoxydulsalze geben keine Fällung, allmählig färbt sich die Flüssigkeit durch Oxydation dunkel.

4. Goldchlorid wird durch Gerbsäure reducirt.

5. Brechweinstein gibt einen weissen gelatinösen Niederschlag.

6. Leimsolution gibt mit Gerbsäure einen weissen, bei Ueberschuss der Gerbsäure grauen, elastischen Niederschlag.

7. Die meisten Alkaloide fällen die Gerbsäure weiss. Die neu entstandene Verbindung ist nicht in Wasser, wohl aber in Essigsäure löslich.

III. Abtheilung.

Gang der qualitativen chemischen Analyse.

Vorprüfung.

1. Man untersuche genau die physikalischen Eigenschaften des zu analysirenden Körpers, da Farbe, Geruch, Schwere, Härte u. s. w. schon manche Anhaltspunkte zu allgemeiner Beurtheilung bieten.

Anmerkung. Ist der zu untersuchende Stoff eine Flüssigkeit, so verdampft man einen Theil zur Trockene, um zu sehen, ob überhaupt etwas gelöst war und nimmt mit dem trockenen Rückstand dann die nachfolgenden Proben vor. In einem andern Theil der Lösung prüft man mit den Reagenzpapieren.

2. Man erhitzt eine Probe der Substanz in einem trockenen Probirgläschen.

a. der Körper zersetzt sich unter Abscheidung von Kohle, deutet auf **organische Substanzen.** In diesem Fall muss, bevor man an die eigentliche Analyse geht, die organische Substanz durch Glühen zerstört werden.

b. der Körper verflüchtigt sich: **Ammoniak, Quecksilber, einige Arsenverbindungen** und **Schwefel.** Häufig bildet sich auch bei diesen Körpern ein Sublimat.

c. der Körper färbt sich dunkler: **Metalloxyde** und **ihre Salze.**

3. Man erhitzt eine Probe in einer an beiden Enden offenen Glasröhre.

a. es bilden sich Wassertropfen — **Hydrate.**

b. es entweichen riechende Gase

α. nach schwefeliger Säure — **Schwefelmetalle.**

β. nach Knoblauch — **Arsenmetalle.**

γ. nach Ammoniak — **Ammoniaksalze.**

c. es bildet sich ein metallischer Anflug — **Arsenmetalle, Quecksilberverbindungen.**

4. Man erhitzt eine Probe im Kohlengrübchen vor dem Löthrohr.

a. es tritt eine Verpuffung ein — **salpetersaure, chlorsaure Salze.**

b. die blaue Löthrohrflamme färbt sich

α. gelb — **Natronsalze.**

β. violett — **Kalisalze.**

γ. carminroth — **Strontian** (Lithion).
δ. gelbroth — **Kalk.**
ε. gelbgrün — **Baryt.**
ζ. grün — **Kupferoxyd, Borsäure.**
ϑ. blau — **Arsen, Antimon, Chlorkupfer.**

5. Man mischt eine Probe mit **Soda** und **Cyankalium** und erhitzt sie im Kohlengrübchen vor der Reductionsflamme.
a. man erhält eine geschmolzene Masse, die, beim Befeuchten mit verdünnter Salzsäure, Schwefelwasserstoff entwickelt — eine **Schwefelverbindung.**
b. man erhält beim Abschlemmen der geschmolzenen Masse
α. weisse Metallkörner oder Flitter — **Zinn, Silber.**
β. rothe Metallflitter — **Kupfer.**
γ. gelbe Metallflitter — **Gold.**
δ. sehr spröde Metallkörner — **Antimon, Wismuth.**
ε. sehr dehnbare Metallkörner — **Blei.**
ζ. ein graues, vom Magnet anziehbares Pulver — **Eisen, Kobalt, Nickel.**
c. es bildet sich auf der Kohle ein Beschlag
α. ein in der Hitze und Kälte weisser — **Arsen, Antimon.**
β. ein in der Hitze gelber beim Erkalten weisser — **Zink, Zinn.**
γ. ein in der Hitze und Kälte gelber — **Blei, Wismuth.**
δ. ein braunrother in Hitze und Kälte — **Cadmium.**

6. Man erhitzt eine mit **Kobaltsolution** befeuchtete Probe auf Kohle stark
a. es entsteht ein blaues Glas oder eine blaue unschmelzbare Masse — **phosphorsaure, borsaure** und **kieselsaure Alkalien, Thonerde** und **phosphorsaure Erden.**
b. es entsteht eine gelbgrüne Masse — **Zinkoxyd.**
c. es entsteht eine fleischrothe Masse — **Magnesia.**
d. es entsteht eine ziegelrothe bis braune Masse — **Baryt.**

7. Man erhizt eine Probe der Substanz mit einer **Phosphorsalzperle** vor dem Löthrohr.
a. in der Reductionsflamme erhält man:
α. ein röthliches Glas — **Eisen, Nickel.**
β. ein blaues Glas — **Kobalt.**
γ. ein rothes Glas — **Kupfer.**
δ. ein grünes Glas — **Chrom.**
b. in der Oxydationsflamme erhält man:
α. ein violettes Glas — **Mangan.**
β. ein gelbes Glas — **Eisen.**
γ. ein röthliches Glas — **Nickel.**

δ. ein blaues Glas — **Kobalt, Kupfer.**
ε. ein grünes Glas — **Chrom.**
c. in der farblosen Perle schwimmt ein **Kieselskelett** — **Kieselsäure.**

8. Man erhitzt eine Probe der Substanz mit einer **Boraxperle** vor dem Löthrohr
a. in der Reduktionsflamme erhält man:
α. ein grünes Glas — **Eisen, Chrom.**
β. ein graues Glas — **Nickel.**
γ. ein blaues Glas — **Kobalt.**
δ. ein rothes Glas — **Kupfer.**
b. in der Oxydationsflamme erhält man
α. ein violettes Glas — **Mangan.**
β. ein gelbes Glas — **Eisen.**
γ. ein rothbraunes Glas — **Nickel.**
δ. ein gelbgrünes Glas — **Chrom.**
ε. ein blaugrünes Glas — **Kupfer.**
ζ. ein blaues Glas — **Kobalt.**
c. ein in der farblosen Perle schwimmendes **Kieselskelett** — **Kieselsäure.**

9. Man erwärmt einen Theil mit **concentrirter Schwefelsäure** in einem mit einer Glasplatte überdeckten Platintiegel. Wird das Glas geätzt — **Fluor.**

Eigentliche Analyse.

Hat man einen festen Körper zu untersuchen, so muss er zunächst in Lösung gebracht werden, man unterscheidet in dieser Beziehung:

A. In Wasser lösliche Körper.

B. In Wasser unlösliche oder schwer lösliche; in Salzsäure, Salpetersäure oder Königswasser lösliche Körper.

C. In Wasser und Säuren schwer lösliche oder unlösliche Körper.

A. Untersuchung in Wasser löslicher Körper.

I. Auffindung der Basis.

Man setzt zu einem Theil der Lösung **Salzsäure.**

𝔄. **Es entsteht ein weisser Niederschlag; man setzt zu dem Niederschlag Ammoniak.**

1. Der Niederschlag löst sich auf und wird aus der ammoniakalischen Lösung durch Salpetersäure wieder gefällt — **Silberoxyd.***)
2. Der Niederschlag färbt sich schwarz — **Quecksilberoxydul.**
3. Der Niederschlag bleibt unverändert — **Bleioxyd.**

𝔅. **Es entsteht kein Niederschlag; man leitet durch die mit Salzsäure angesäuerte Flüssigkeit so lange Schwefelwasserstoff, bis die umgeschüttelte Lösung danach riecht.**

1. Es entsteht ein Niederschlag, derselbe ist
   a) rein weiss und brennbar, besteht aus Schwefel, die gelbe Flüssigkeit wurde
   𝔞. farblos — **Eisenoxyd.**
   𝔟. grün — **Chromoxyd.**

---

*) Ausdrücklich wird betont, dass unbedingt die früher für die einzelnen Metalloxyde angeführten Reaktionen zur Bestätigung vorzunehmen sind.

b) gefärbt und besteht aus einem Schwefelmetall. Man wäscht mit Schwefelwasserstoffwasser aus und setzt auf dem Filter gelbes **Schwefelammonium** *zu.*

a. der Niederschlag löst sich auf. Man setzt verdünnte **Schwefelsäure** hinzu, der entstehende Niederschlag ist

I. rein weiss, verbrennlich, **Schwefel** — *Abwesenheit eines in Schwefelammonium löslichen Schwefelmetalles,*

II. gelb oder orange, man erwärmt denselben mit **kohlensaurem Ammoniak.**

A. Er löst sich, man setzt zu der Lösung **Salzsäure,** der Niederschlag wird wieder gefällt, man mengt ihn mit Cyankalium und glüht ihn in einem Arsenröhrchen, erhält man einen Metallspiegel — **Arsen.**

B. Er löst sich nicht, man löst der Niederschlag in **Königswasser** auf und versetzt die Lösung mit **kohlensaurem Ammoniak.**

α. Es entsteht ein weisser Niederschlag — **Zinnoxyd.**

β. Es entsteht kein Niederschlag, man säuert mit **Salzsäure** *an und leitet* **Schwefelwasserstoff** *ein, es entsteht ein orangerother Niederschlag* — **Antimonoxyd.**

*III. dunkel; *) man setzt zu der* **ursprünglichen** *Substanz* **Chlorammonium.**

A. Es entsteht ein gelber Niederschlag, der beim Glühen ein grauschwarzes Metallpulver hinterlässt — **Platinoxyd.**

B. Es entsteht kein Niederschlag; man erwärmt mit **schwefelsaurem Eisenoxydul,** fällt hierdurch ein braunes metallisches Pulver — **Goldoxyd.**

b. Der Niederschlag löst sich nicht auf; man erhitzt ihn mit **concentrirter Salpetersäure.**

I. Er löst sich auf; man setzt verdünnte **Schwefelsäure** *hinzu.*

A. Es entsteht ein weisser Niederschlag — **Bleioxyd.**

B. Es entsteht kein Niederschlag; man setzt **Salzsäure** hinzu.

α. Es entsteht ein weisser, in Ammoniak löslicher Niederschlag — **Silberoxyd.**

β. Es entsteht kein Niederschlag; man setzt Ammoniak im Ueberschuss zu.

α' Es entsteht ein Niederschlag — **Wismuthoxyd.**

---

*) Wohl zu berücksichtigen ist, dass, wenn der Niederschlag dunkel ist, auch ein etwaiger gelber oder orangefarbener Niederschlag verdeckt sein kann, man hat desshalb auch auf Arsen, Zinn und Antimon zu prüfen.

b' Es entsteht kein Niederschlag.
1a Die Lösung ist farblos und es entsteht beim Einleiten von Schwefelwasserstoffgas ein gelber Niederschlag — **Cadmiumoxyd.**
2a Die Lösung ist blau — **Kupferoxyd.**

(Da neben Kupferoxyd Cadmiumoxyd vorhanden sein kann, so versetzt man zu dessen Erkennung die blaue, ammoniakalische Lösung mit Cyankalium bis zur Entfärbung und leitet dann Schwefelwasserstoff ein, ist Cadmium zugegen, so wird nur dieses als Schwefelcadmium gefällt).

II. Es bleibt ein Rückstand; derselbe ist
A. weiss — **Bleioxyd.**
B. schwarz — **Quecksilberoxyd.**

(Das etwa in dem schwarzen Niederschlag verdeckte Bleioxyd erkennt man beim Versetzen der ursprünglichen Lösung mit Salzsäure).

2. Es entsteht kein Niederschlag; man setzt **Ammoniak, Chlorammonium** und **Schwefelammonium** zu.

a) Es entsteht ein Niederschlag, man erwärmt denselben mit verdünnter **Salzsäure** *gelinde.*

a. Der Niederschlag löst sich nicht, man äschert den Niederschlag sammt dem Filter ein, erhitzt die Asche mit etwas Salzsäure, filtrirt die Lösung, verdampft fast bis zur Trockne, setzt salpetrigsaures Kali und Essigsäure zu.

I. Es entsteht nach längerem Stehen in der Wärme ein gelber Niederschlag, und man hatte bei der Vorprüfung eine in der äussern und innern Flamme blaue Boraxperle erhalten — **Kobaltoxyd.**

II. Entsteht nach etwa 12 Stunden kein Niederschlag, so setzt man Kalilauge zu, ein apfelgrüner Niederschlag weist hin auf — **Nickel.**

b. Der Niederschlag löst sich, man übersättigt diese oder die ursprüngliche Lösung stark mit **Kali.**

I. Es entsteht ein Niederschlag; man löst denselben in Salzsäure und setzt Chlorammonium und Ammoniak hinzu.

A. Es entsteht ein Niederschlag — **Eisen.**

B. Es entsteht kein Niederschlag; man säuert mit Essigsäure an und leitet durch die erwärmte Lösung Schwefelwasserstoff.

α. Es entsteht ein Niederschlag; man äschert denselben sammt dem Filter ein, erhitzt die Asche mit etwas Salzsäure, filtrirt die Lösung, verdampft fast bis zur Trockne, setzt salpetrigsaures Kali und Essigsäure zu.

α' Es entsteht nach längerem Stehen in der Wärme ein gelber Niederschlag — **Kobalt.**

β' Es entsteht nach etwa 12 Stunden kein Niederschlag, man setzt Kalilauge zu, ein apfelgrüner Niederschlag beweist die Anwesenheit von — **Nickel.**

β. *Es entsteht kein Niederschlag* — **Mangan.**

(Man unterlasse nicht die Prüfung vor dem Löthrohr).

II. *Es entsteht kein Niederschlag; man kocht die Lösung anhaltend.*

A. Es entsteht eine grüne Ausscheidung—**Chromoxyd.**

B. Die Lösung bleibt klar; man theilt sie in zwei Theile, in den einen

α. *leitet man Schwefelwasserstoff, ein entstehender weisser Niederschlag weist nach* — **Zink.**

Den andern

β. *versetzt man mit hinreichender Salzsäure und dann kohlensaurem Ammoniak, entsteht ein Niederschlag* — **Thonerde.**

b) *Es entsteht kein Niederschlag; man setzt* **Chlorammonium, Ammoniak** *und* **kohlensaures Ammoniak** *hinzu.*

a. es entsteht ein weisser Niederschlag; man löst denselben nach dem Auswaschen in wenig Salzsäure und theilt ihn in drei Portionen.

I. *Zu der ersten setzt man Schwefelsäure; entsteht dabei ein Niederschlag (Baryt oder Strontian), fährt man mit Schwefelsäurezusatz fort, bis keine Fällung mehr entsteht, filtrirt, neutralisirt das Filtrat mit Ammoniak und setzt oxalsaures Ammoniak hinzu; ein entstehender weisser Niederschlag weist hin auf* — **Kalk.**

II. *Zu der zweiten setzt man chromsaures Kali, entsteht ein gelber Niederschlag* — **Baryt.**

III. *Die dritte verdampft man zur Trockene, digerirt den Rückstand mit Alkohol und zündet das Filtrat an, eine carminrothe Flamme lässt erkennen* — **Strontian.**

b. Es entsteht kein Niederschlag; man theilt die Lösung in zwei Theile

I. *den einen Theil versetzt man mit* **phosphorsaurem Natron,** *ein entstehender Niederschlag deutet auf* — **Magnesia.**

II. *Mit dem zweiten Theil verfährt man, je nachdem man Magnesia gefunden hat oder nicht, verschieden.*

A. Bei **Abwesenheit** von Magnesia. Man verdampft bis zur Trockene, glüht, bis alle Ammoniaksalze entwichen sind, löst den etwaigen Rückstand in wenig Wasser, und theilt die Lösung in zwei Theile

α. zu einem Theil der Lösung setzt man Platinchlorid, es entsteht ein gelber Niederschlag — **Kali.**

β. Der andere Theil wird abgedampft und vermittelst eines höchst reinen Platindrahtes in die Flamme des Löthrohres gebracht, eine gelbe Färbung derselben zeigt — **Natron.**

B. Bei **Anwesenheit** von Magnesia. Man verdampft zur Trockene und erwärmt den zur Verjagung der Ammoniaksalze schwach geglühten Rückstand mit Wasser; die Lösung wird mit Barytwasser bis zur alkalischen Reaktion versetzt, gekocht und filtrirt. Den Barytüberschuss entfernt man mit Ammoniak und kohlensaurem Ammoniak, verdampft das Filtrat zur Trockene, glüht und prüft einen etwaigen Rückstand auf Kali und Natron, wie eben bei *A.* angegeben.

Es bleibt noch auf Ammoniak zu prüfen übrig; zu diesem Zweck digerirt man die ursprüngliche Substanz mit Kali, der specifische Geruch und die an einem mit Salzsäure befeuchteten Glasstab entstehenden Nebel weisen nach — **Ammoniak.**

II. Auffindung der Säure.

1. Einer unorganischen.

A. Die Arsensäure und arsenige Säure erkennt man schon bei der Prüfung auf Basen und unterscheidet sie nach den pag. 27 und 28 angegebenen Verfahren.

B. Auf Zusatz von Salzsäure entweicht unter Aufbrausen ein Gas, dasselbe ist

1. geruchlos und fällt Kalkwasser — **Kohlensäure.** Siehe pag. 33.
2. es riecht nach faulen Eiern und fällt in einer Bleizuckerlösung schwarzes Schwefelblei — **Schwefelwasserstoff.** Siehe pag. 35.

C. Die Lösung der zu untersuchenden Substanz war gelb oder roth, welche Farbe sich bei Einleitung von Schwefelwasserstoff unter Schwefelabscheidung änderte, ebenso änderte sich die Farbe in Grün bei Behandlung mit Salzsäure und Alkohol — **Chromsäure.** Siehe pag. 29.

D. Zu einem Theil der Lösung setzt man Salzsäure oder, bei Gegenwart von durch Salzsäure fällbaren Metalloxyden, Salpeter-

säure und dann Chlorbarium oder salpetersauren Baryt, ein entstehender weisser Niederschlag beweist — **Schwefelsäure.**
Siehe pag. 30.

E. Einen Theil der Lösung säuert man mit Salpetersäure an und fügt dann salpetersaures Silberoxyd hinzu, entsteht ein weisser Niederschlag, löslich in Ammoniak — **Salzsäure.**
Siehe pag. 34.

F. Man übergiesst einen Theil der Substanz mit Schwefelsäure und fügt dann vorsichtig schwefelsaures Eisenoxydul hinzu, bildet sich an der Berührungsstelle beider Flüssigkeiten ein schwarzbrauner Ring — **Salpetersäure.**
Siehe pag. 36.

G. Man verdampft eine Probe der ursprünglichen Lösung nach dem Ansäuern mit Salzsäure zur Trockene und behandelt den Rückstand mit etwas Salzsäure und Wasser; es bleibt ein unlöslicher Rückstand — **Kieselsäure.**
Siehe pag. 33.

H. Man setzt zu einem Theil der Lösung Salzsäure bis zur sauren Reaktion, taucht einen Streifen Curcumapapier hinein und erwärmt; färbt sich das eingetauchte Curcumapapier braunroth — **Borsäure.**
Siehe pag. 31.

I. Man setzt zu der Lösung etwas rauchende Salpetersäure und Stärkemehl, es entsteht eine blaue Färbung — **Jod.**
Siehe pag. 34.

K. Man setzt zur ursprünglichen Lösung wenig Chlorwasser und dann etwas Chloroform oder Schwefelkohlenstoff, färben sich letztere gelb — **Brom.**

Bei Gegenwart von Jod setzt man zu der Lösung rothe rauchende Salpetersäure und Schwefelkohlenstoff, schüttelt tüchtig und trennt den violett gefärbten Schwefelkohlenstoff durch vorsichtiges Decantiren von der das Brom enthaltenden Flüssigkeit.

L. Man übergiesst in einem Platintiegelchen die Substanz mit concentrirter Schwefelsäure und deckt eine mit Wachs überzogene und theilweis radirte Glasplatte darüber, werden die von Wachs freien Stellen des Glases geätzt — **Fluor.**
Siehe pag. 32.

M. Man setzt zu der Lösung mit Salpetersäure stark angesäuertes molybdänsaures Ammoniak im Ueberschuss, es entsteht gelbe Färbung und ein gelber Niederschlag — **Phosphorsäure.**
Siehe pag. 31.

2. Einer organischen.

Ist die Säure nicht frei oder an ein Alkali oder alkalische Erde gebunden, so muss sie durch Fällen der Basis sei es durch Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium erst frei gemacht werden. Nach dem Filtriren beseitigt man das überflüssige Schwefelammonium durch Ansäuern, Erwärmen und Abfiltriren des abgeschiedenen Schwefels. Die Flüssigkeit neutralisirt man dann vorsichtig mit Ammoniak.

A. Man versetzt die Lösung mit Chlorcalcium und Kalkwasser bis zur alkalischen Reaktion, entsteht ein Niederschlag, so behandelt man denselben mit kalter Kalilauge;

a. der Rückstand löst sich nicht in Essigsäure, wohl aber in Salzsäure — **Oxalsäure.**
Siehe pag. 32.

b. das Filtrat wird gekocht, es scheidet sich aus der kalischen Lösung ein gallertartiger Niederschlag aus — **Weinsäure.**
Siehe pag. 36.

B. Man erhitzt ein Theilchen der zu untersuchenden festen Substanz mit Alkohol und Schwefelsäure, Essigäthergeruch beweist die Anwesenheit von — **Essigsäure.**
Siehe pag. 37.

C. Man setzt zu einem Theil der Lösung Eisenchlorid, ein entstehender blauschwarzer Niederschlag weist hin auf — **Gerbsäure.**
Siehe pag. 38.

B. Untersuchung in Wasser unlöslicher oder schwer löslicher, in Salzsäure, Salpetersäure oder Königswasser löslicher Körper.

I. Auffindung der Basen.

Mit der Lösung in Säuren verfährt man genau nach derselben Methode, wie mit der wässrigen Lösung, nur muss man hier auch auf die Anwesenheit von phosphorsauren, oxalsauren, borsauren, kieselsauren alkalischen Erden oder von Fluorverbindungen ihrer Metalle Rücksicht nehmen, da diese Salze beim Abstumpfen der Säure durch Ammoniak und Schwefelammonium weiss ausgefällt werden. Hat man also eine saure Lösung, in der Schwefelwasserstoff keinen Niederschlag hervorgebracht hat, oder im anderen Fall das Filtrat von einem Schwefelwasserstoffniederschlag, aus dem man den Schwefelwasserstoff durch Kochen entfernt hat, so setzt man zu einem Theil der Flüssigkeit Ammoniak:

a. es entsteht kein Niederschlag. Abwesenheit der phosphorsauren, oxalsauren, kieselsauren, borsauren alkalischen Erden

und deren Fluorverbindungen. In diesem Fall geht man ganz so mit dem durch Schwefelammonium entstehenden Niederschlag vor wie bei der Untersuchung von in Wasser löslichen Substanzen angegeben ist;

b. es entsteht ein Niederschlag. In diesem Fall hat man auf genannte alkalische Erdsalze Rücksicht zu nehmen und verfährt folgendermassen:

Man setzt zu dem Filtrat von dem Schwefelwasserstoffniederschlag, oder im Fall durch Schwefelwasserstoff kein Niederschlag entstand, zur ursprünglichen Lösung, Salmiak, Ammoniak und Schwefelammonium, bis die Flüssigkeit nach dem Umschütteln deutlich danach riecht, erwärmt und filtrirt.

Mit dem Filtrat verfährt man, wie bei der Untersuchung der in Wasser löslichen Substanzen angegeben. Den Niederschlag spritzt man vom Filter und übergiesst ihn mit verdünnter kalter Salzsäure in mässigem Ueberschuss:

a. es bleibt ein Rückstand, welcher Schwefelnickel, Schwefelkobalt, Kieselsäure und Schwefel enthalten kann. Man filtrirt ihn, wäscht ihn aus und erhitzt einen Theil desselben mit der Phosphorsalzperle vor dem Löthrohr in der äusseren Flamme;

1. es bleibt ein Kieselskelett — **Kieselsäure.**
2. die Perle ist rein blau gefärbt — **Kobalt.**
3. die Perle ist röthlich, nach dem Erkalten gelb — **Nickel.**
4. die Farbe der Perle lässt in Zweifel. Man äschert das den Rest des Niederschlages enthaltende Filter ein und prüft auf Kobalt und Nickel, wie pag. 11 angegeben, mit salpetrigsaurem Kali;

b. es bleibt kein Rückstand. Man kocht die Lösung, bis aller Schwefelwasserstoff entwichen ist, und setzt zu einem kleinen Theil derselben einige Tropfen Schwefelsäure und dann ein gleiches Volumen Alkohol.

1. Es entsteht ein Niederschlag, derselbe kann schwefelsaurer Baryt, Strontian, Kalk sein. Man versetzt die ganze Lösung mit Schwefelsäure und Alkohol so lange noch ein Niederschlag entsteht, filtrirt, zersetzt den Niederschlag entweder durch Schmelzen mit kohlensaurem Kali-Natron oder auch durch anhaltendes Kochen mit einer Lösung von kohlensaurem Natron, löst die hierdurch entstandenen kohlensauren Verbindungen der Erden nach gehörigem Auswaschen in Chlorwasserstoffsäure und untersucht dieselben auf die früher pag. 48 angegebene Weise.

2. Es entsteht kein Niederschlag oder man hat das Filtrat von 1. Man kocht bis zur vollständigen Verjagung des Alkohol und setzt Ammoniak im Ueberschuss zu.

α. Es entsteht ein Niederschlag. Man kocht denselben mit Kali, verdünnt mit Wasser und filtrirt.

I. Das Filtrat kocht man mit Salmiaklösung, ein entstehender gallertartiger Niederschlag deutet auf — **Thonerde.**

II. Den in Kali unlöslichen Rückstand löst man in Salzsäure und versetzt mit Ammoniak im Ueberschuss.

A. Es entsteht ein Niederschlag. Man schüttelt denselben mit kalter Kalilösung.

αα. Die verdünnte Lösung wird filtrirt und gekocht, hierdurch fällt — **Chromoxydhydrat.**

ββ. Der in Kali unlösliche Rückstand ist braunroth gefärbt und gibt in Salzsäure gelöst mit Ferrocyankalium einen blauen Niederschlag — **Eisen.**

B. Es entsteht kein Niederschlag (oder das Filtrat von A). Man setzt zu der Lösung phosphorsaures Natron, es entsteht ein weisser Niederschlag — **Magnesia.**

β. Es entsteht kein Niederschlag (oder das Filtrat von a). Man kocht die ammoniakalische Lösung mit Kali, bis sie nicht mehr stark nach Ammoniak riecht.

I. Es entsteht ein anfangs weisser, sich allmälig an der Luft bräunender und beim Zusammenschmelzen mit kohlensaurem Natron und Salpeter eine grüne Schmelze liefernder Niederschlag — **Mangan.**

II. Es entsteht kein Niederschlag (oder das Filtrat von I.) Man versetzt die Lösung mit Schwefelwasserstoff, ein hierdurch entstehender weisser Niederschlag beweist die Gegenwart von — **Zink.**

II. Auffindung der Säuren.

Dieselbe geschieht auf die bei der Untersuchung der in Wasser löslichen Substanzen angegebene Weise, wobei namentlich hinsichtlich der Phosphorsäure die, pag. 31 angeführten Cautelen zu berücksichtigen sind.

C. Untersuchung von in Wasser und Säuren schwer löslichen oder unlöslichen Körpern.

Die erste Aufgabe ist, die unlöslichen Substanzen in lösliche Verbindungen überzuführen; die Art, wie dies geschieht, hängt von den Resultaten der Vorprüfung ab, wesshalb letztere auf das genauste vorzunehmen ist.

1. Hat die Vorprüfung die Gegenwart von **Schwefelsäure** erwiesen, so hat man auf schwefelsauren Baryt, schwefelsauren Strontian und schwefelsaures Bleioxyd Rücksicht zu nehmen. Erstere zwei schliesst man mit 4 Theilen kohlensaurem Natron-Kali auf und behandelt die Schmelze mit Wasser, filtrirt und wäscht gut

aus. Das Filtrat enthält die gelöste Säure, der Rückstand die jetzt in Salzsäure lösliche Basis. Das schwefelsaure Bleioxyd ist daran kenntlich, dass es mit Soda ein Metallkorn liefert, mit Schwefelammonium übergossen sich schwärzt und in basisch weinsaurem Ammoniak löslich ist.

2. Hat die Vorprüfung **Kieselsäure** (ein Silikat) ergeben, so geschieht die Aufschliessung durch Schmelzen mit kohlensaurem Alkali, Behandlung der Schmelze mit Salzsäure, und Abscheidung der Kieselsäure durch Verdampfung mit freier Salzsäure, bei welchem Verfahren man freilich die Alkalien des Silikates nicht mit bestimmen kann; sollen letztere gleichfalls festgestellt werden, so muss die Aufschliessung durch Schmelzen mit **kohlensaurem Baryt** oder durch Zersetzung mit Fluorwasserstoffsäure geschehen. Im ersteren Fall vermengt man die zu untersuchende geschlämmte Substanz mit dem 5—6 fachen Gewicht kohlensauren Baryts und setzt das Gemenge einem starken Gebläsefeuer aus. Die Schmelze digerirt man mit verdünnter Salzsäure und scheidet die Kieselsäure auf bekannte Weise ab. Die Lösung enthält ausser den Basen des Silikats noch Baryterde, die vor der weiteren Untersuchung durch Schwefelsäure ausgefällt werden muss.

Will man die Aufschliessung durch **Fluorwasserstoffsäure** bewirken, so übergiesst man die fein geschlämmte Substanz in einer Platinschale unter Umrühren mit einem Platindraht mit frischbereiteter concentrirter Fluorwasserstoffsäure, bis sich ein dünner Brei gebildet hat, überlässt denselben einige Zeit sich selbst und fügt dann nach und nach concentrirte Schwefelsäure bis zu einem kleinen Ueberschuss hinzu. Hierauf erwärmt man die Flüssigkeit bis zur Verjagung des Fluorsiliciums und der Fluorwasserstoffsäure und erhitzt schliesslich, bis alle überschüssige Schwefelsäure sich verflüchtigt hat. Den Rückstand löst man auf und verwendet ihn zur Untersuchung auf Basen.

3. Hat die Vorprüfung ein **Fluormetall** ergeben, so schliesst man dasselbe durch Schmelzen mit 4 Th. kohlensauren Natron-Kali unter Zusatz von etwas Kieselsäure auf und kocht die Schmelze mit Wasser gut aus. Das Filtrat enthält die Säure, der ausgewaschene Rückstand die jetzt in Salzsäure löslichen Basen.

4. Hat die Vorprüfung die Gegenwart von **Chrom** erwiesen, so geschieht die Aufschliessung durch Schmelzen mit saurem schwefelsaurem Kali oder kohlensaurem Alkali und Salpeter.

5. Wies die Vorprüfung **Thonerde** nach, so wird durch Schmelzen mit dem 3—4fachen Gewicht saurem schwefelsaurem oder auch kohlensaurem Alkali aufgeschlossen.

6. Auf gleiche Weise wird das **Zinnoxyd** aufgeschlossen.

7. **Chlor, Brom-** und **Jod-Silber** werden mittelst Zink und verdünnter Schwefelsäure oder durch Glühen mit Kalk oder kohlensaurem Alkali unter Abscheidung von Metall aufgeschlossen.

8. **Kohle** (Graphit) ist leicht einmal an ihre physikalischen Eigenschaften, dann durch ihre Verbrennlichkeit und ihr Verpuffen im schmelzenden Salpeter zu erkennen.

IV. Abtheilung.

Organische Elementaranalyse und Berechnung der Formeln.

Die organische Elementaranalyse.

Der Zweck der Elementaranalyse ist, die procentische Zusammensetzung eines organischen Körpers bezüglich der Elemente, aus denen er zusammengesetzt ist, zu ermitteln. Die Elemente, welche dabei zu berücksichtigen sind, sind: Sauerstoff, Wasserstoff, Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel, Phosphor und Chlor. Die erste Aufgabe wird demnach sein, durch eine Vorprüfung zu bestimmen, ob alle oder welche nur von diesen Elementen in dem zu untersuchenden Körper vorhanden sind, nachdem der Körper, wie selbst verständlich, möglichst rein dargestellt wurde.

1. Da die Bestimmung des Kohlenstoffes, Wasserstoffes und Sauerstoffes in einem Körper durch einen einzigen Process möglich ist, so kömmt zunächst sein Stickstoffgehalt *) in Frage. Man weist die Gegenwart des Stickstoffs nach

a. indem man eine Probe des Körpers in einem trockenen Probirgläsehen erhitzt und an die obere Oeffnung einen Streifen befeuchteten rothen und einen Streifen befeuchteten blauen Lackmuspapieres hält; wird das rothe Papier durch gebildetes Ammoniak gebläut, so ist Stickstoff in der organischen Substanz vorhanden, wird das blaue durch gebildete Essigsäure geröthet, so ist der Körper stickstofffrei.

b. ist die organische Substanz flüchtig, so erhitzt man sie mit Kalihydrat gemengt, die Gegenwart von Stickstoff gibt sich durch Ammoniakgeruch und die übrigen Ammoniakreaktionen kund.

c. da eine, Untersalpetersäure enthaltende, organische Substanz die unter *a.* und *b.* angeführten Reaktionen nicht gibt, so muss man bei solchen Körpern ihre leichte Explodirbarkeit oder doch lebhaftere Verbrennbarkeit als Kriterium über die Gegenwart von Stickstoff berücksichtigen.

2. Den Phosphor weist man nach und bestimmt man in organischen Körpern, indem man ihn entweder durch Kochen mit Salpetersäure und chlorsaurem Kali oder durch Zusammenschmelzen mit Salpeter in Phosphorsäure umwandelt, diese quantitativ, wie pag. 120 angegeben, bestimmt und daraus den Phosphorgehalt berechnet.

---

*) Zeitschr. f. anal. Chem. V. Jahrg. 2. H. 1866 gibt E. H. v. Baumhauer eine Methode der Elementaranalyse organischer Körper an, bei der Kohlenstoff-, Stickstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoff-Gehalt einer stickstoffhaltigen Substanz durch eine einzige Operation bestimmt werden kann.

3. Den Schwefel verwandelt man auf gleiche Weise, wie den Phosphor in Phosphorsäure, in Schwefelsäure um und berechnet aus der nach der pag. 119 angegebenen Methode gefundenen Schwefelsäure-Menge den Schwefelgehalt.

4. Das Chlor wird nachgewiesen und bestimmt, indem man die zu untersuchende organische Substanz mit Aetzkalk erhitzt, den Rückstand mit Wasser auszieht, die Lösung nach dem Ansäuern durch Salpetersäure mit salpetersaurem Silberoxyd versetzt und aus der gefundenen Menge Chlorsilber den Chlorgehalt berechnet.

Wie man den Phosphor, Schwefel und das Chlor nicht als Element wiegt, sondern sie erst in Verbindungen von genau bekannter Zusammensetzung verwandelt und mittelst Berechnung ihre Menge findet, so geschieht es auch mit dem Kohlenstoff, den man als Kohlensäure, den Wasserstoff, den man als Wasser, den Stickstoff, den man als Ammoniak bestimmt. Die Sauerstoffmenge wird nicht direkt ermittelt, sondern sie ergibt sich aus der Differenz.

Um den Kohlenstoff zu Kohlensäure und den Wasserstoff zu Wasser zu oxydiren, verbrennt man die zu untersuchende Substanz mit einem, seinen Sauerstoff leicht abgebenden unorganischen Körper z. B. Kupferoxyd *) oder bei schwer verbrennlichen Substanzen wie Graphit, Steinkohlen etc., chromsaures Bleioxyd mit oder ohne Darüberleiten gasförmigen, getrockneten Sauerstoffs. Die Verbrennungsprodukte fängt man, die Kohlensäure mittelst Kalilauge, das Wasser mittelst Chlorcalcium, auf.

Den Stickstoff der zu untersuchenden Substanz führt man durch eine zweite Verbrennung mittelst Natronkalk **) in Ammoniak über, indem in der Glühhitze der Sauerstoff des Hydratwassers der Alkalien und alkalischen Erden mit Kohlenstoff zu Kohlensäure und sich diese mit dem Alkali verbindet, während der Wasserstoff im Moment des Freiwerdens sich mit dem Stickstoff zu Ammoniak vereinigt, und fängt letzteres entweder in titrirter Schwefelsäure oder Oxalsäure oder in Salzsäure auf und bestimmt es in diesem Falle als Chlorplatin-Chlorammonium. Freilich lässt sich die Bestimmung des Stickstoffs als Ammoniak nur da anwenden, wo der Stickstoff in der organischen Substanz nicht als Salpetersäure oder überhaupt als Stickstoffverbindung des Sauerstoffs enthalten ist.

---

*) Durch Glühen von salpetersaurem Kupferoxyd dargestellt. Vor jeder Operation muss das schwarze Kupferoxyd nochmals ausgeglüht und bei abgehaltener Luft so weit erkalten gelassen werden, dass man es mit der organischen Substanz ohne Nachtheil mengen kann.

**) Der Natronkalk wird dargestellt, indem man in eine concentrirte Natronlauge doppelt so viel Aetzkalk, als die Lösung Natronhydrat enthält, einträgt, in einem eiseren Gefässe verdampft, schwach glüht und mässig fein pulvert.

Das Verfahren bei den Verbrennungen werden nachstehende Abbildungen in etwas verdeutlichen. Uebrigens ist es gerade hier unerlässlich, sich manuelle Geschicklichkeit durch vielfaches Ueben anzueignen und die mündliche Unterweisung kann von den Anfängern keinesfalls entbehrt werden, da die eigentliche Verbrennung das minder schwierige, die Genauigkeit der Resultate aber vollständig abhängig ist von der Sorgfalt, mit der man alle Zurüstungen und Vorbereitungen getroffen hat, wobei gewisse Cautelen und kleine Handgriffe, die sich nicht weitläufig beschreiben, aber kurz zeigen lassen, wesentliche Vortheile und Erleichterung gewähren.

Fig. I.

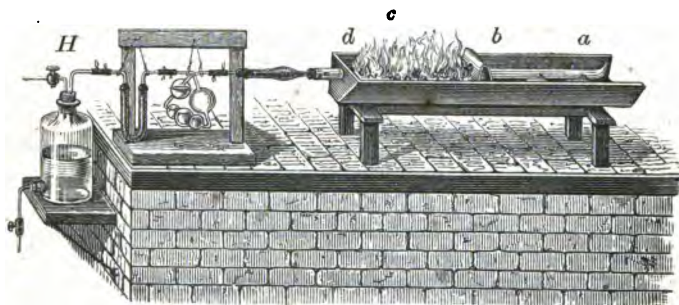
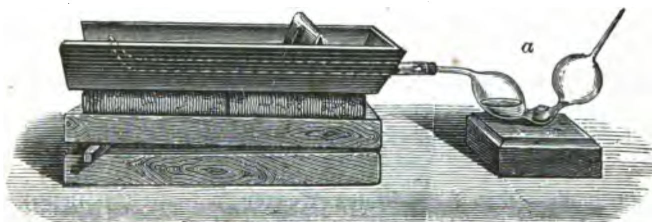


Fig. II.



Zur Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung nimmt man ungefähr 0,3—0,5 grm. der wohl ausgetrockneten Substanz, füllt zunächst in das 15—18 Zoll lange 4—5 Linien weite, hinten zu einer aufwärts stehenden Spitze ausgezogene Verbrennungsrohr ungefähr bis *a* reines Kupferoxyd, bringt dann das Gemenge der zu verbrennenden Substanz mit Kupferoxyd bis *b*, darauf das zum Ausspülen des Mischungsmörsers verwendete Kupferoxyd bis *c* und endlich von *c*—*d* wieder reines Kupferoxyd, (beim Verbrennen sehr

stickstoffhaltiger Substanzen fügt man am vorderen Ende der Verbrennungsröhre noch eine lockere Schicht feiner, blanker Kupferdrehspähne ein, um eine Fehlerquelle durch etwa gebildete salpetrige Säure zu vermeiden, da glühendes Kupfer die Oxydationsstufen des Stickstoffs in Sauerstoff und Stickstoff zerlegt) fügt an das Verbrennungsrohr das genau abgewogene, mit Stückchen geschmolzenen Chorcalciums angefüllte Chlorcalciumrohr, an dieses den mit Kalilauge von 1,25—1,27 spec. Gew. angefüllten und ebenfalls vorher genau gewogenen Kugelapparat *F* und hieran eine *U*förmige mit dem Kugelapparat gleichzeitig gewogene mit Kalistückchen angefüllte Röhre *G* und beginnt, nachdem der Apparat so zusammengestellt ist und man sich überzeugt hat, dass er luftdicht schliesst, nun mit dem vorsichtig von vorn nach hinten geleiteten Erhitzen der Röhre mit nicht zu grossen, vollständig glühenden Kohlen. Ist die Verbrennung beendet, was man daran erkennt, dass sich keine Gasblasen mehr entwickeln und die Kalilauge in dem Kugelapparat zurückzusteigen beginnt, bricht man vorsichtig die hintere Spitze der Verbrennungsröhre ab und saugt bei *H* einige Zeit lang Luft durch den Apparat, um die Kohlensäure vollends zur Absorption zu bringen, dann wägt man die früher gewogenen Apparate von neuem und findet durch die Gewichtszunahme die gebildete Menge Kohlensäure und Wasser.

Flüssige, flüchtige organische Substanzen bringt man in mit einer ausgezogenen Spitze versehenen zugeschmolzenen Glaskügelchen in die Verbrennungsröhre; flüssige, nicht flüchtige organische Substanzen mitsammt dem Gläschen, in welchem sie abgewogen wurden.

Beispiel 1:

Man hatte von dem, bei der Vorprüfung als stickstofffrei befundenen Körper 0,567 grm. abgewogen.

Das Chlorcalciumrohr wog vor der Verbrennung . .	34,892 grm.
„ „ „ nach „ „ . .	35,072 „
Gewichtszunahme durch gebildetes Wasser	0,180 grm.

9 (Aequivalent des Wassers): 1 (Aequivalent des Wasserstoffs) $= 0,180 : x \quad x = 0,020$

In den 0.567 grm. Substanz sind demnach 0,020 grm. Wasserstoff, in 100 grm. also 3,906 grm.

Der Kugelapparat sammt Kalirohr wog vor der Verbrennung	76,954 grm.
Der Kugelapparat sammt Kalirohr wog nach der Verbrennung	77,555 „
Gewichtszunahme durch gebildete Kohlensäure . .	0,601 grm.

22 (Aequivalent der Kohlensäure): 6 (Aequivalent des Kohlenstoffs) = 0,601: x x = 0,164

In 0,567 grm. der untersuchten Substanz sind 0,164 grm. Kohlenstoff, in 100 grm. also 32.03 grm.

Die procentische Zusammensetzung der untersuchten Substanz würde also sein, da die Sauerstoffmenge sich aus der Differenz ergibt

Kohlenstoff	32.03 %
Wasserstoff	3,91 %
Sauerstoff	64.06 %
	100,00

Beispiel 2:

Man hatte von dem zu untersuchenden Körper zur Verbrennung 0,527 grm. abgewogen.

Das Chlorcalciumrohr wog vor der Verbrennung	36,229 grm.
„ „ „ nach „ „	36,544 „
Gewichtszunahme durch gebildetes Wasser . . .	0,315 grm.

9 (das Aequivalent des Wassers): 1 (Aequivalent des Wasserstoffs) = 0,315: x x = 0,035

In den 0,527 grm. Substanz sind demnach 0,035 grm. Wasserstoff, in 100 grm. also 6,60 grm. Wasserstoff.

Der Kugelapparat sammt dem Kalirohr wog vor dem Verbrennen	70,725 grm.
Der Kugelapparat sammt dem Kalirohr wog nach dem Verbrennen	72,100 „
Gewichtszunahme durch gebildete Kohlensäure . .	1,375 grm.

22 (Aequivalent der Kohlensäure): 6 (Aequivalent des Kohlenstoffs) = 1,375: x x = 0,375.

In 0,527 grm. der zu untersuchenden Substanz sind 0,375 grm. Kohlenstoff enthalten, in 100 grm. also 71.18 grm.

Da der Sauerstoffgehalt aus der Differenz bestimmt wird, so wäre die procentische Zusammensetzung des fraglichen Körpers

Kohlenstoff	71,18 %
Wasserstoff	6,60 %
Sauerstoff	22,22 %

Die Vorprüfung hatte aber ergeben, dass der Körper stickstoffhaltig sei, bevor also der Sauerstoffgehalt festgestellt werden kann, muss erst eine zweite Verbrennung zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes vorgenommen werden.

Die Verbrennung zum Zweck der Stickstoffbestimmung wird in ganz ähnlicher Weise vorgenommen wie bei der Bestimmung der Kohlenstoff- und Wasserstoff-Menge, nur wendet man statt des Kupferoxydes Natronkalk an und verhindert durch einen locker ein-

geschobenen frisch ausgeglühten Asbestpfropf, dass von dem leichten Natronkalk Theile durch den Gasstrom fortgeführt werden. Nicht unterlassen soll man, die Röhre vor dem Einlegen in den Verbrennungsofen etwas zu klopfen, so dass über der Mischung ein zum Entweichen der Gase freier Kanal bleibt. An die Verbrennungsröhre fügt man statt des Chlorcalciumröhres und des Kugelapparates den sogenannten Will'schen Stickstoffaparat *Fig. II a.* Wie schon angegeben wurde, kann man das Ammoniak entweder in verdünnter Salzsäure, die man bis zu der in der Abbildung angedeuteten Höhe in den Will'schen Apparat einfüllt, oder in titrirter Schwefelsäure oder Oxalsäure auffangen.*) Im ersteren Fall bildet sich in dem Will'schen Apparat Salmiak. Man lässt nach dem Verbrennen den Inhalt dieses Apparates in eine Schale fliessen, spült sehr gut aus und setzt dann zu der Gesammtflüssigkeit Platinchlorid im Ueberschuss, verdampft zuletzt auf dem Wasserbad zur Trockene, übergiesst den Rückstand mit einem Gemisch aus 2 Volumen Alkohol und 1 Volumen Aether, filtrirt die durch überschüssiges Platinchlorid gelb gefärbte Flüssigkeit von dem unlöslichen Chlorplatin-Chlorammonium (NH_4 Cl, Pt Cl_2) ab, wäscht mit dem Alkohol-Aether-Gemisch aus, trocknet, wägt und berechnet mittelst der Aequivalentzahlen die Stickstoffmenge. (100 Gewichtstheile Platinsalmiak enthalten 6,28 Theile Stickstoff.) Man kann auch den Platinsalmiak glühen und aus der Quantität des zurückbleibenden Platins die Menge des Stickstoffes berechnen (100 Gewichtstheile Platin entsprechen 14,15 Theilen Stickstoff.)

Rascher und für agrikulturchemische Zwecke ganz empfehlenswerth ist das andere Verfahren, bei welchem man das Ammoniak an titrirte Säure bindet.

Darstellung der Normalschwefelsäure. Man mischt in einem grossen Kolben 1020 CC. Wasser mit 60 grm. concentrirter englischer Schwefelsäure, lässt erkalten und bestimmt in ungefähr 20 CC. dieser Flüssigkeit die Schwefelsäure auf die pag. 119 angegebene Weise; wiederholt die Bestimmung zur Controle und nimmt bei guter Uebereinstimmung das Mittel, hierauf verdünnt man die Säure so, dass 1000 CC. genau 40 grm. wasserfreie Schwefelsäure enthalten. Hätte man z. B. gefunden, dass 1000 CC. 42 grm. Schwefelsäure enthalten, so muss man nach dem Ansatz $40 : 1000 = 42 : x$ ($x = 1050$) aus je 1000 CC. Flüssigkeit durch Zusatz von Wasser 1050 CC. machen.

*) Man sei sehr vor dem Zurücksteigen der Flüssigkeit in die Verbrennungsröhre auf der Hut.

1 CC. dieser Säure, enthaltend 0,040 grm. Schwefelsäure, entspricht 0,031 grm. Natron oder 0,014 grm. Stickstoff.

Darstellung der Normaloxalsäure. Man wägt genau 63 grm. reine krystallisirte Oxalsäure ($C_2\ O_3$ HO + 2 aqu.) ab, schüttet sie in einen Literkolben, fügt Wasser zu, löst durch Umschütteln, verdünnt die auf mittlere Temperatur gebrachte Flüssigkeit genau bis zur Marke, schüttelt um und bewahrt die Lösung zum Gebrauche auf.

1 CC. dieser Säure, enthaltend 0,063 krystallisirte Oxalsäure, entspricht 0,031 grm. Natron oder 0,014 grm. Stickstoff.

Darstellung der Normalnatronlauge. Man wägt ungefähr 45 grm. festes reines, kohlensäurefreies Aetznatron (NaO. HO) ab, bringt es in einen Literkolben, fügt Wasser hinzu, löst durch Umschütteln, verdünnt die auf mittlere Temperatur gebrachte Flüssigkeit bis zur Marke, schüttelt um. Dann misst man 50 CC. Normalsäure ab, bringt sie in ein Becherglas, färbt mit etwas Lackmustinktur schwach roth und lässt nun von der Natronlauge aus einer Quetschhahnbürette so lange zufliessen, bis die Flüssigkeit eben blau geworden ist, und vollständig neutral reagirt. Man verdünnt alsdann die noch etwas zu concentrirte Natronlösung, so dass genau 50 CC. erforderlich sind, um 50 CC. der Säure zu sättigen. Hätte man z. B. nur 45 CC. Natronlösung gebraucht, so würden zu je 45 CC. der Lauge noch 5 CC. Wasser, somit zu 1000 CC. der Lauge 111 CC. Wasser zu setzen sein.

1 CC. dieser Natronlauge, enthaltend 0,031 grm. Natron oder 0,040 grm. Natronhydrat, entspricht 0,063 grm. krystallisirter Oxalsäure, oder 0,040 grm. wasserfreier Schwefelsäure oder 0,014 grm. Stickstoff.

Das Verfahren bei der Stickstoffbestimmung ist so, dass man 10 CC. einer der beiden Normalsäuren in ein Becherglas bringt, davon so viel als möglich in den Willschen Apparat einsaugt, die Spitze abspült, nach der Verbrennung in dasselbe Becherglas entleert, sorgfältig mit Wasser nachspült, die Gesammtflüssigkeit mit etwas Lackmustinktur roth färbt und nun mit der Normalnatronlauge die Menge der nicht durch Ammoniak neutralisirten Säure filtrirt.

Beispiel 1. Man hatte von einem bei der Vorprüfung stickstoffhaltig befundenen organischen Körper zur Verbrennung abgewogen 0,529 grm. und hatte 1,003 grm. Platinsalmiak erhalten.

223,32 (Aequivalent des Platinsalmiaks) : 14
(Aequivalent des Stickstoffs) = 1,003 : x
x = 0,063

Da 0,529 grm. des Körpers 0,063 grm. Stickstoff enthalten, so enthalten 100 grm. desselben 11,909 grm.

oder

da 100 Gew. Theile Platinsalmiak 6,28 G. Theilen Stickstoff entsprechen

$$100 : 6{,}28 = 1{,}003 : x$$
$$x = 0{,}063$$
$$0{,}529 : 0{,}063 = 100 : x$$
$$x = 11{,}909$$

oder man hatte den erhaltenen Platinsalmiak geglüht und die Wägung hatte 0,445 grm. Platin ergeben

$$100 : 14{,}15 = 0{,}445 : x$$
$$x = 0{,}063$$
$$0{,}529 : 0{,}063 = 104 : x$$
$$x = 11{,}909$$

Beispiel 2: Man hätte von demselben stickstoffhaltigen Körper, dessen Kohlenstoff- und Wasserstoffgehalt oben bestimmt wurde, zur Stickstoffbestimmung abgewogen 0,604 grm.

Von der Normalschwefelsäure hatte man vorgeschlagen

10 CC = 0,400 grm. SO_3 = 0,310 grm. NaO = 0,140 grm. N.

Nach der Verbrennung hatte man von der Normalnatronlauge zum Neutralisiren verbraucht

7,9CC = 0,316 grm. SO_3 = 0,245 grm. NaO = 0,112 grm. N.

Es waren also durch das gebildete Ammoniak neutralisirt worden von der Normalschwefelsäure

2,1CC = 0,084 grm. SO_3 = 0,065 grm. NaO = 0,029 grm. N.

$$0{,}604 : 0{,}029 = 100 : x$$
$$x = 4{,}80$$

Die procentische Zusammensetzung des fraglichen Körpers wäre demnach

Kohlenstoff	71,18%
Wasserstoff	6,60 „
Stickstoff	4,80 „
Sauerstoff	17,42 „
	100,00

Berechnung der chemischen Formel.

Will man aus der procentischen Zusammensetzung, wie sie uns die Elementaranalyse liefert, die Formel berechnen, so dividirt man zunächst mit der Aequivalentzahl in die Procentzahl, z. B.:

$$\frac{71{,}18}{6} = 11{,}86;\quad \frac{6{,}60}{1} = 6{,}60;\quad \frac{4{,}80}{14} = 0{,}34;\quad \frac{17{,}58}{8} = 2{,}19$$

hierauf mit dem kleinsten Quotienten in die grösseren

$$\frac{11{,}86}{0{,}34} = 34{,}8;\quad \frac{6{,}60}{0{,}34} = 19{,}4;\quad \frac{2{,}19}{0{,}34} = 6{,}5$$

In geraden Zahlen ausgedrückt ist das Verhältniss 1 : 6 : 19 : 34, die Formel des untersuchten Körpers könnte also



$C_{34} H_{19} N O_6$

sein, ebenso gut könnte aber auch die Formel $C_{68} H_{38} N_2 O_{12}$ oder $C_{102} H_{57} N_3 O_{18}$ lauten, denn aus der procentischen Zusammensetzung einer Substanz kann kein Schluss auf das Aequivalent gezogen werden.

Die Bestimmung des Aequivalentes geschieht durch den direkten Versuch. Da die organischen Stoffe theils den Charakter von Säuren, theils von Basen besitzen oder ganz indifferenter Natur sind, so hat man je nach der Art des zu untersuchenden Körpers verschiedene Wege einzuschlagen. Eine Säure verbindet man mit einer Basis zu einem neutralen Salz und ermittelt durch Verbrennen die mit 1 Aequivalent der Basis verbundene Menge des organischen Stoffes. Am besten eignen sich hiezu die Silberoxyd-, Bleioxyd- oder Baryt-Salze. Nach dem Glühen bleibt bei dem Silberoxydsalz metallisches Silber, bei dem Bleioxydsalz ein Gemenge von Bleioxyd mit metallischem Blei und beim Barytsalz kohlensaurer Baryt zurück.

Zur Bestimmung des Aequivalentes der organischen Basen leitet man über eine gewogene Menge der Base trockenes salzsaures Gas; aus dem Gewicht der entstandenen salzsauren Verbindung berechnet man das Aequivalent der Base. Auch durch Analyse des Platindoppelsalzes lässt sich das Atomgewicht einer organischen Basis ermitteln. Die Zusammensetzung dieses Doppelsalzes entspricht der des Chlorplatinammoniums, NH_4 Cl, Pt Cl_2, worin 1 Aequiv. Ammoniak (NH_3) durch 1 Aequiv. der organischen Basis ersetzt ist. Bestimmt man in demselben durch Glühen die Menge des Platins und berechnet hierauf die Zusammensetzung auf 1 Aequiv. Platin, so hat man nur die Gewichte von 2 Aequiv. Chlor und 1 Aequiv. Chlorwasserstoffsäure abzuziehen, um das Aequivalentgewicht der organischen Base zu erhalten.

Da indifferente organische Körper keine Verbindungen eingehen, so bestimmt man deren Aequivalent dadurch, dass man sie in mehre andere Verbindungen vom bekannten Aequivalent zerlegt, oder man verwandelt sie durch Einwirkung von Reagentien in Verbindungen von bekanntem Atomgewicht, zu denen sie in naher Beziehung stehen.

B e i s p i e l 1. Man hätte nach der Elementaranalyse die Formel einer organischen Säure $C_4 H_3 O_6$ gefunden und wollte sich überzeugen, ob das Aequivalent diesen Zahlen entspricht oder ob vielleicht die Formel $C_8 H_6 O_{12}$ lauten müsse. Nachdem man sich die Bleioxydverbindung dieser Säure rein dargestellt, wägt man sich ein gewisses Quantum des Salzes z. B. 1,170 grm. ab.

Nach dem Glühen wog das Gemisch von metallischem Blei und Bleioxyd . . . . 0,719 grm.

Um die Menge des metallischen Bleies zu finden und daraus die diesem entsprechende Sauerstoffmenge zu berechnen, behandelt man den Glührückstand mit Essigsäure, in welcher sich das Bleioxyd löst, und wägt dann wieder; das metallische Blei hätte gewogen 0,210 „

0,210 grm. Blei erfordern 0,016 grm. Sauerstoff, um damit Bleioxyd zu bilden, denn

103,5 (Aequivalent des Bleis): 8 (Aequiv. d. Sauersoffs) = 0,210 : x

$$x = 0,016.$$

Diese Sauerstoffmenge ist dem Gewicht des Glührückstandes hinzu zu addiren

$$0,719 + 0,016 = 0,735.$$

In 1,170 grm. des Salzes waren also vorhanden 0,735 grm. Bleioxyd und 0,435 grm. der organischen Säure. Nun hat man den Ansatz zu machen

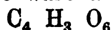
0,735 (die Menge des Bleioxydes): 0,435 (die Menge der Säure) = 111,5 (Aequivalent des Bleioxydes): x

$$x = 66.$$

Das Aequivalent der wasserfreien Säure wäre 66, da aber in freiem Zustand das Bleioxyd durch Wasser vertreten ist, so würde die Aequivalentzahl eines Atoms Wasser = 9 hinzu zu addiren sein und sich so das Aequivalent der freien krystallisirten Säure = 75 herausstellen. Berechnet man nun die Aequivalentzahl nach der gefundenen Formel, so würde sich ergeben

$$C_4 = 4 \times 6 = 24$$
$$H_3 = 3 \times 1 = 3$$
$$O_6 = 6 \times 8 = 48$$
$$75$$

Die Formel dieser Säure wäre also in der That



$$C_4 \; H_3 \; O_6$$

Beispiel 2. Der bei der Elementaranalyse als Beispiel angeführte Körper, dessen Formel C_{34} H_{19} NO_6 gefunden worden war, zeigte die Eigenschaften einer organischen Base.

0,685 grm. liefern nach dem Darüberleiten von trockenem Chlorwasserstoffgas. 0,772 grm. salzsaure Verbindung, worin 0,685 grm. Base und 0,087 grm. Chlorwasserstoffsäure enthalten sind.

Der Ansatz lautet also:

87 : 685 = 36,5 (Aequivalent der Chlorwasserstoffsäure) : x

$$x = 287,4$$

und weiter mit Berücksichtigung der procentischen Zusammensetzung

$$100 : 71{,}18 = 287{,}4 : x \qquad x = 204{,}57$$
$$100 : 6{,}60 = 287{,}4 : x \qquad x = 18{,}97$$
$$100 : 4{,}80 = 287{,}4 : x \qquad x = 13{,}79$$
$$100 : 17{,}42 = 287{,}4 : x \qquad x = 50{,}06$$

dividirt man nun mit den Aequivalentzahlen der Elemente in die eben gefundenen Zahlen, so erhält man in ganzen Zahlen ausgedrückt

$$\frac{204{,}54}{6} = 34; \quad \frac{18{,}97}{1} = 19; \quad \frac{13{,}79}{14} = 1; \quad \frac{50{,}06}{8} = 6.$$

Die Formel für diese organische Base würde also in Wirklichkeit lauten



$$C_{34}\ H_{19}\ NO_6.$$

Beispiel 3. Nach der gefundenen procentischen Zusammensetzung

Kohlenstoff	40,45
Wasserstoff	7,86
Stickstoff	15,73
Sauerstoff	35,96
	100,00

glaubt man die Formel



$$C_6\ H_7\ NO_4$$

annehmen zu dürfen. Der Körper zeigt die Eigenschaften einer Base. Man stellt sich zunächst das Platindoppelsalz desselben dar.

Zur Untersuchung hätte man 6,924 grm. der Platinverbindung abgewogen und 2,315 grm. metallisches Platin erhalten, man macht den Ansatz

$$2{,}315 : 4{,}609 = 98{,}7 \text{ (das Aequivalent des Platins)} : x$$
$$x = 196{,}5$$

hievon hat man 2 Aequiv. Chlor und 1 Aequiv. Chlorwasserstoffsäure abzuziehen

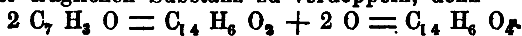
$$2 \times 35{,}5 = 71 + 36{,}5 = 107{,}5$$
$$196{,}5 - 107{,}5 = 89$$

89 wäre demnach die Aequivalentzahl des fraglichen Körpers und die Formel in der That $C_6\ H_7\ NO_4$, denn

$$C_6 = 6 \times 6 = 36$$
$$H_7 = 7 \times 1 = 7$$
$$N = 14 \times 1 = 14$$
$$O_4 = 4 \times 8 = 32$$
$$\overline{\qquad 89}$$

Beispiel 4. Die Analyse eines indifferenten organischen Körpers hätte ergeben, dass die Zusammensetzung desselben durch die Formel $C_7\ H_3\ O$ ausgedrückt werden könnte. Beim Stehen

an der Luft verwandelt sich aber die Substanz durch Sauerstoffaufnahme in eine Säure, deren Formel durch die Analyse ihrer Salze zu $C_{14} H_6 O_4$ bestimmt wurde. Dies ist das Motiv, die Formel der fraglichen Substanz zu verdoppeln, denn



$$2\, C_7 H_3 O = C_{14} H_6 O_2 + 2\, O = C_{14} H_6 O_4.$$

Anmerkung. Bei allen diesen Untersuchungen und Berechnungen ist wohl zu berücksichtigen, dass bei den chemischen Untersuchungs-Methoden kleine Fehler ganz unvermeidlich sind. Bruchzahlen finden daher keine Berücksichtigung und eine chemische Formel kann immerhin noch als gültig angenommen werden, auch wenn die daraus berechnete procentische Zusammensetzung nicht absolut genau mit der durch den Versuch gefundenen übereinstimmt, freilich dürfen die Abweichungen nicht über 0,4% beim Kohlenstoff- und 0,3% beim Wasserstoffgehalt steigen.

V. Abtheilung.

Gang der quantitativen Analyse der für den Landwirth wichtigsten Stoffe.

Untersuchung der Futtermittel.

Probenahme.

Da die Verlässlichkeit der ganzen Analyse von der Probenahme abhängt, so ist auf letztere die grösste Sorgfalt zu verwenden. Man kann in dieser Hinsicht nicht penibel genug sein, vor allen bei Durchschnittsanalysen. Bei Heu und Stroh u. dergl. müssen aus verschiedenen Stellen des Vorraths entnommene grössere Quantitäten auf der Häcksellade zu feinem Häcksel geschnitten und der Häcksel gehörig durch einander gemengt werden, ehe man zu den Probenahmen für die Analyse schreitet. Ebenso müssen von Rüben, Kartoffeln etc. eine grössere Anzahl in Arbeit genommen werden. Dass die Pflanzen und Pflanzentheile von anhängenden Verunreinigungen, Staub u. s. w. möglichst befreit werden müssen, ist selbstverständlich.

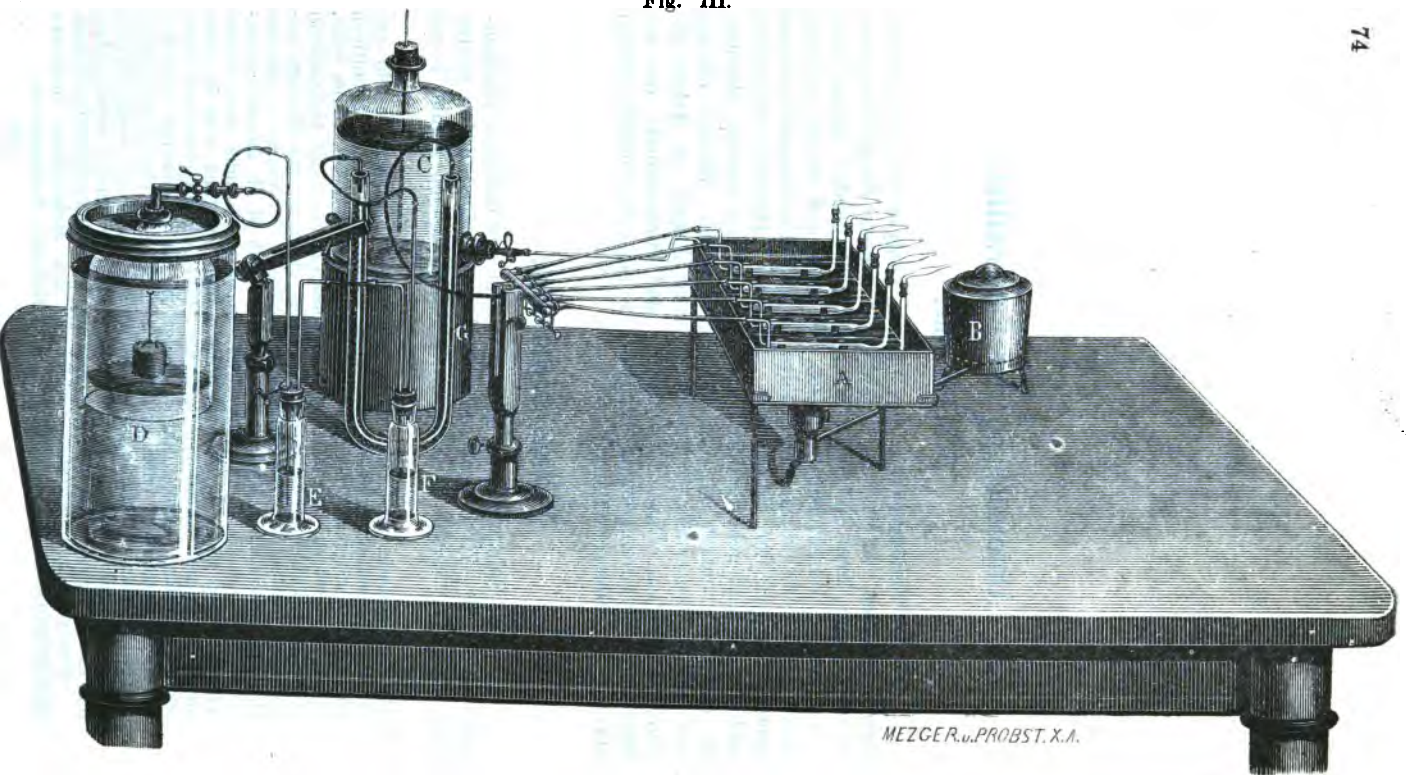
Wasserbestimmung.

50 grm. Substanz lässt man in einem gewöhnlichen Trockenschrank bei 60—70° C mehrere Tage, alsdann einige Stunden an der Luft stehen, zermahlt sie rasch auf einer kleinen Mühle *) mit

*) Der im Weender Laboratorium verwendete Mahlapparat besteht aus einem horizontalen eisernen Kegelmantel, mit groben scharfkantigen Riffeln an der schmaleren, mit feineren Riffeln an der breiteren Seite, in welchem ein zu dem Kegelmantel concentrischer, mit Gegenriffeln versehener Stahlconus steckt, der mittelst einer an der Drehaxe befindlichen Kurbel in Umdrehung gesetzt wird. Der Conus — grösster Durchmesser 80 M. M., kleinster Durchmesser 65 M. M., äussere Seitenlänge 70 M. M. — lässt sich durch eine Stellschraube dem Mantel nach Belieben nähern. Die zu zerkleinernde Substanz wird in einen oberwärts an der schmaleren Seite des Mahlwerks angebrachten trichterförmigen Rumpf eingetragen, gelangt von da unmittelbar zwischen die Kegel und fällt an der entgegengesetzten Seite in eine untergesetzte Porcellanschale. Die Mühle ist auf einem starken Tische festgeschraubt und kann mit Leichtigkeit so weit auseinander genommen werden, dass ihre Reinigung nach jedesmaligem Gebrauch keine Schwierigkeiten macht.

Grouven empfiehlt zum Zerkleinern den Mohr'schen., in dessen pharmaceutischer Technik pag. 267 beschriebenen Stossapparat.

Fig. III.



stählernem Mahlwerk, wägt von der gemahlenen Substanz einige Gramme (5—7) ab und bestimmt ihren Trockengehalt bei 100—110° C im Luftbad, besser noch mittelst des nachstehend abgebildeten, von Henneberg und Stohmann empfohlenen Apparates, der namentlich auch zum Austrocknen gelöster Substanzen sehr brauchbar ist. (Siehe nebenstehende Abbildung.)

A ist ein kupfernes Wasserbad, in welchem 6 *U*-förmige Trockenröhren durch kleine am Boden des Gefässes eingenietete Messingklammern festgehalten werden. Ein Deckel verschliesst das Wasserbad während des Gebrauchs, um übermässige Verdampfung zu verhindern, das Wasserbad wird mittelst der grossen Spirituslampe *B*, mit Sturzflasche und doppeltem Docht, geheizt. Um des Nachfüllens von Wasser überhoben zu sein, dient die mit Wasser gefüllte Flasche *C*. Sie hat am Boden einen Tubulus, von dem ein in das Wasserbad eintauchendes Rohr abgeht, und ist mit einem luftdicht schliessenden Kork versehen, welcher eine beiderseits offene Glasröhre umfasst, deren Stellung so regulirt wird, dass ihr unteres Ende etwas höher steht, als das einzuhaltende Wasserniveau. *D* ist ein grosser Wasserstoffentwicklungsapparat von 30 Liter Inhalt nach Döbereiner'scher Construktion. Der darin durch Zink und verdünnte Schwefelsäure entwickelte Gasstrom kann durch einen an dem Austrittsrohr angebrachten Messinghahn regulirt oder ganz abgestellt werden. Der Wasserstoffstrom streicht zunächst durch den mit Wasser gefüllten Cylinder *E*, um hier gewaschen zu werden, gelangt von da in den Cylinder *F* mit Schwefelsäure, die ihn austrocknet, und weiter in das mit Chlorcalcium und festem Aetzkali gefüllte Glasrohr *G*, wo er von den letzten Spuren Feuchtigkeit und anderen Beimengungen befreit wird. Er gabelt sich sodann in einem horizontal liegenden Messingrohr in 6 Theilströme, von denen je einer mittelst Kautschukröhrchen, über welchen Quetschhähne hängen, in jede der 6 Trockenröhrchen an ihrem engeren Ende eingeführt wird. An das andere weite Ende der Trockenröhren ist mittelst Kautschuk ein rechtwinkliges Glasrohr befestigt, das durch dieses ausströmende Gas wird angezündet, um Explosionen vorzubeugen.

In Bezug auf den Gebrauch des Apparates ist folgendes zu bemerken.

Von festen Substanzen wägt man 5—7 grm., von Harn und ähnlichen Flüssigkeiten etwa 5 CC in den trockenen *U*-förmigen Röhren. Bei Harn bleibt das weitere Ende derselben so lange offen, bis der Rückstand trocken geworden ist, und erst dann werden die rechtwinklig gebogenen Glasröhren aufgesetzt, während dies bei festen Substanzen gleich bei der Ingangsetzung des Apparates geschieht. Als Kriterium für das herannahende Ende der voll-

ständigen Austrocknung dient das Verhalten des horizontalen Theils der rechtwinklig gebogenen Glasröhre, aus der das Gas ausströmt. Es bildet sich hier anfangs ein Wasserbeschlag, den man von Zeit zu Zeit durch Erwärmung mit der Flamme einer kleinen Spirituslampe forttreibt. Die Operation ist mit Sicherheit als beendet zu betrachten, wenn der Apparat von der Zeit an, wo zum letzten Male die letzte Spur von Beschlag fortgetrieben wurde, noch 2—3 Stunden im Gang erhalten wird. Sollte die Substanz in dem einen oder anderen Rohr verhältnissmässig mehr Feuchtigkeit enthalten, als in den übrigen, so hat man es mit Hilfe der über den Zuleitungsröhrchen hängenden Quetschhähne, welche auch dann in Anwendung kommen, wenn man weniger als 6 Bestimmungen gleichzeitig ausführen will, in der Gewalt, den Strom einstweilen von diesen abzuleiten und in jenem zu verstärken. Unter allen Umständen braucht man natürlich um so weniger Zeit, je vollständiger die Stoffe schon von Wasser befreit sind, ehe sie in den Apparat kommen, und ist es daher gerathen, lufttrockene Substanzen nach dem Einwägen in die Röhren immer erst mehrere Stunden in dem Dampftrockenschranke verweilen zu lassen. Bevor man zur Wägung nach beendetem Trockenprocess schreitet, wird atmosphärische Luft durch die Röhren hindurchgesogen, um das leichtere Wasserstoffgas daraus zu vertreiben.

Mineralstoffe.

a. Nach Henneberg. 100—200 grm. (je nachdem man eine vollständige Aschenanalyse beabsichtigt oder nicht) möglichst zerkleinerter Substanz werden im Muffelofen (ohne durchgehendes Zugrohr) bei möglichst niedriger Temperatur verascht und die dabei resultirende Rohasche gewogen. Von dieser bringt man 0,8—1 grm. in einen Kohlensäure-Apparat, bestimmt die Kohlensäure (wobei es sich empfiehlt, den Apparat nach beendetem Aufbrausen mit einem Aspirator in Verbindung zu bringen und ein constantes Volumen Luft zur Vertreibung der Kohlensäure hindurchzuleiten, welches durch einige vorläufige Versuche mit kohlensaurem Kalk etc. ermittelt ist), sammelt den in Säure ungelöst gebliebenen Rückstand auf einem gewogenen Filter, wäscht aus, trocknet bei 100—110° C, wägt und bestimmt den Gewichtsverlust (= Kohle), den der Rückstand durch anhaltendes Glühen im Platintiegel erleidet. Die gefundene Menge Kohlensäure und Kohle wird auf die Gesammtmenge Rohasche berechnet, von dieser in Abzug gebracht und nach dem Rest der Gehalt des Futterstoffs im natürlichen Feuchtigkeitszustande an Kohle- und Kohlensäure- freien Aschenbestandtheilen berechnet.

b. Nach Grouven. 75—100 grm. Substanz werden in einer Platinschale zunächst über der Lampe stark verkohlt, die Kohle dreimal mit etwa 100 CC. Wasser ausgekocht und dann nebst dem kleinen Filter, welches zu ihrer Abscheidung diente, in derselben Platinschale in der Muffel während dreistündiger Heizung bei schwacher Rothgluth verbrannt. Auf die so erhaltene Asche giesst man dann ihren Wasserextrakt und dampft beides im Wasserbade zur Trockniss. Nach schwachem Glühen über der Lampe wird die Asche gewogen.

Hat man sehr schwer verbrennlische Kohle, so befördert man ihr Verbrennen durch wiederholtes Befeuchten mit Salpetersäure und Glühen. Erscheint die Asche weiss, so wird sie zuletzt in Dämpfen von kohlensaurem Ammoniak erhitzt und gewogen.

Bei der Aschebestimmung von Rübensäften verfährt Grouven (Wochenbl. d. Ann. d. Landw. 1866 Nr. 43) so, dass er ein flaches, 2 $^1/_2$zölliges Meissener Porcellanschälchen (welches leer ungefähr 30 grm. wiegt), mit ungefähr 4 grm. reinem, vorher geglühten Quarzsand und 3 grm. geglühtem Eisenoxyd füllt, hierauf 25 CC. Rübensaft aus einer Bürette fliessen lässt, in einem Dampftrockenschrank allmälig austrocknet, den nahezu eingetrockneten Saft mit einer Messerspitze unter den Sand und das Eisenoxyd rührt, vollständig trocknet, in einer schwach roth glühenden Muffel verbrennt, nach etwa einer Stunde das Schälchen herausnimmt, mit einem Spatel die noch unverbrannte, an den Wänden des Schälchens haftende Kohle unter den Sand und das Eisenoxyd rührt und nun vollständig unter der Einwirkung des Eisenoxyds die Kohle bei einer Rothgluth, welche keinen Verlust an Alkalien mit sich bringt, verbrennt.

Holzfaser.

a. Nach Grouven. 5 grm. Trockensubstanz werden in einem 500 CC fassenden Kolben mit 100 CC einer 5 procentigen Schwefelsäure übergossen und 7 Stunden der Siedehitze nahe digerirt, während dem die Flasche mit einem kleinen Trichterchen lose verschlossen ist. Am Ende der Digestion füllt man den Kolben mit kochendem Wasser an und filtrirt heiss durch ein grosses Filter. *)

---

*) Das Säureextrakt kann man noch weiter untersuchen. Man bringt es auf das Volumen eines Liters, neutralisirt 50 CC davon mittelst Barytwasser, setzt ausserdem noch eine concentrirte Lösung von basisch essigsaurem Bleioxyd tropfenweise hinzu, bis kein Niederschlag mehr darnach entsteht, filtrirt, digerirt die entfärbte Flüssigkeit mit einem Ueberschuss Fehling'scher Lösung, sammelt das Kupferoxydul auf einem Filter und bestimmt es nach seiner Auflösung in Salzsäure mittelst einer auf reinen Traubenzucker titrirten Lösung von übermangansaurem Kali.

Das so gefundene Kupferoxydul kann ein Maass abgeben für die im Säureextrakt enthaltenen zuckerartigen Stoffe,

Das Ungelöste wird in der Spitze des Filters zusammengespült und letzteres ein wenig im Luftbade getrocknet, wonach der Inhalt sich leicht von dem Papiere vollkommen abtrennen lässt. Derselbe kommt wieder in den Kolben, wo er mit 100 CC einer 3 procentigen Natronlauge 7 Stunden lang der Siedehitze nahe digerirt wird. Darnach wird noch stärker als beim Säureextrakt verdünnt und durch ein grosses Filter heiss filtrirt, damit die alkalische braune Lauge rasch zur Ausscheidung kommt. Ist Letzteres geschehen, dann wird das Unlösliche von dem grossen Filter in ein Becherglas gespritzt, von da auf ein kleines gewogenes Filter gebracht und auf selbigem mit Leichtigkeit vollkommen ausgewaschen, zum Schluss ein paar Male mit Aether, dann getrocknet und gewogen.

Um die in der so erhaltenen Holzfaser stets noch vorhandenen Mengen an Asche und Proteinstoffen zu bestimmen und in Abzug zu bringen, wird die trockene Holzfaser vom Filter gelöst, in einem Mörser so gut als möglich zerkleinert und zur Hälfte im Platintiegel verbrannt, wodurch sich der Aschegehalt ergibt. Die andere Hälfte wird, wie üblich mit Natron-Kalk verbrannt und aus dem gefundenen Stickstoff durch Multiplikation mit 6,25 der Proteingehalt berechnet.

b. Nach Henneberg. 3—5 grm. Trockensubstanz werden, nachdem sie so zerkleinert waren, bis sich sämmtliche Theile durch ein Blechsieb mit runden Löchern von 1 Millim. Durchmesser hindurchschlagen liessen, in einem Kolben oder in einer grossen Platinschale mit 50 CC Schwefelsäure von 5 Proc. und 150 CC Wasser $^1/_2$ Stunde lang gekocht, zum Absetzen stehen gelassen, die Flüssigkeit mit einem Heber abgehoben und der Rückstand zweimal hintereinander mit 200 CC Wasser je eine halbe Stunde lang ausgekocht. Der hiernach verbleibende Rückstand wird in derselben Weise zuerst mit 50 CC. 5 procentiger Kalilauge und 150 CC. Wasser gekocht, dann zweimal mit 200 CC. Wasser. Sämmtliche Flüssigkeiten vom Kochen mit Schwefelsäure werden vereinigt aufbewahrt, ebenso die vom Kochen mit Kalilauge. Der im Kolben bleibende Rückstand wird auf ein gewogenes Filter gebracht, dazu der Absatz aus den kalihaltigen Waschwässern, das Filter ausgewaschen, dann der Absatz aus den sauren Waschwässern aufgegeben, vollständig ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Der Aschengehalt wird durch Verbrennung des ganzen oder eines Theils des Filterinhalts bestimmt.

c. Nach Hofmeister. Man digerirt das auf das Feinste zerkleinerte Futtermittel mit kochendem Alkohol und Aether, dann bei Anwendung von 2—3 grm. Trockensubstanz mit 80 CC, bei 3—5 grm. mit 100—120 CC, bei 6—10 grm. mit 200—225 CC dreiprocentiger Schwefelsäure bei 80° C zwei Stunden lang, wobei

wohl darauf zu sehen ist, dass das Agens die damit zu behandelnde Substanz gehörig bedeckt und dass die während der Digestion verdampfenden Wassermengen immer wieder ersetzt werden. Hierauf wäscht man gut aus, digerirt den Rückstand zwei Stunden lang mit den an Schwefelsäure gleichen Mengen dreiprocentiger Kalilauge unter gleichen Cautelen bei 80° C, wäscht abermals aus und digerirt nun eine Stunde lang mit 30 CC. concentrirter Essigsäure auf dem Wasserbade bei Kochhitze. Nach dem Auswaschen, Trocknen und Wägen bestimmt man noch den Aschengehalt und die Stickstoffmenge.

d. Methode nach Schulze, modificirt durch die Hennebergsche. Man behandelt die Substanz erst vollständig nach Henneberg's Methode mit den üblichen Lösungsmitteln und digerirt sie dann mit dem Schulzeschen Reagenz, einem Gemisch von Salpetersäure (1, 1 Spec. Gew.) und etwa dem fünfzehnten Theile ihres Gewichtes an chlorsaurem Kali, und wäscht schliesslich gründlich aus. *)

Proteinstoffe.

(Rohprotein.)

Man nimmt mit 0,5 – 0.9 grm. Substanz die Stickstoffbestimmung nach pag. 63 *ff.* vor und multiplicirt die erhaltene Stickstoffmenge mit 6,25.

Zucker.

Die Bestimmung des Zuckers kann geschehen:

1. Auf mechanischem Wege, entweder durch Extraktion des Zuckers mittelst Alkohol von 0,83 spec. Gew. oder durch Bestimmung des specifischen Gewichtes der Zuckerlösung, da das specifische Gewicht einer Zuckerlösung mit ihrem Zuckergehalt in bestimmten Verhältnissen steht.

---

*) In Weende (Journ. f. Landw. 1866. 2 Folge. I. B. 3 H. pag. 294) hält man folgendes Verfahren bei der Schulze'schen Methode ein. 1 Theil Trockensubstanz (in der Regel 2—4 grm.) werden 12—14 Tage bei höchstens 15° C. mit 0, 8 Theilen chlorsauren Kalis und 12 Gwthln. Salpetersäure von 1,10 Spec. Gew. im verstöpselten Glase macerirt. Nach Ablauf dieser Zeit verdünnt man etwas mit Wasser, filtrirt und wäscht erst mit kaltem, dann mit heissem Wasser nach. Nach dem Auswaschen spült man den Inhalt des Filters in ein Becherglas und digerirt ca. $^3/_4$ Stunde bei etwa 60° mit Ammoniakflüssigkeit (1 Theil käufliches Ammoniak auf 50 Theile Wasser), sammelt auf gewogenem Filter, wäscht mit derselben kalten Ammoniakflüssigkeit nach, bis das Filtrat farblos abläuft und süsst schliesslich mit kaltem und heissem Wasser, mit Alkohol und Aether völlig aus. Man hat vor allen Dingen während der Maceration ein Steigen der Temperatur über 15° C. zu vermeiden, da leicht die oxydirende Wirkung zu energisch auftritt.

2. Auf chemischem Wege, indem man *a.* die Löslichkeit des Kalkhydrats im Rohrzucker nach bestimmten Gewichtsverhältnissen benützt oder *b.* die Menge Kupferoxydul bestimmt, welche mit Hilfe des Zuckers aus Kupferoxyd reducirt wurde, oder *c.* den Zucker durch Gährung in Alkohol und Kohlensäure verwandelt und die Menge des letzteren ermittelt ($4CO_2$ entsprechen 1 At. Rohrzucker $C_{12} H_{11} O_{11}$. Die Quantität der entwichenen Kohlensäure mit 1,9432 multiplicirt gibt die Menge des Rohrzuckers; mit 2.04545 die Menge der Glykose $C_{12} H_{12} O_{12}$).

3. Auf physikalischem Wege mittelst eines Polarisationsinstrumentes.

Da diese Methoden nicht alle gleich gut und bequem, auch nicht für alle Zuckerarten anwendbar sind, so sind nachstehend nur die in der Praxis leicht ausführbarsten und dabei doch genauesten für jede Zuckerart berücksichtigt.

1. *Traubenzucker.*

Der Nachweis des Fruchtzuckers geschieht mittelst der Trommer'schen Probe. Man gibt zu der Lösung, in welcher man Fruchtzucker vermuthet, ein paar Tropfen verdünnter Kupfervitriollösung, setzt dann Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaktion hinzu und erwärmt. Scheidet sich hierbei rothes Kupferoxydul aus, so enthält die Flüssigkeit Fruchtzucker. Die quantitative Bestimmung geschieht mit der Fehling'schen Lösung.

Die Methode nach Fehling beruht auf dem Vermögen des Traubenzuckers, in einer Lösung, welche Kupfervitriol, neutrales weinsaures Kali und Natronlauge im richtigen Verhältniss enthält, beim Erwärmen das Kupferoxyd zu Kupferoxydul zu reduciren. Der Sauerstoff des Kupferoxyds oxydirt hierbei den Zucker zu Ameisensäure, die mit einem Theil des Kalis verbunden in der Flüssigkeit bleibt. Die Menge des so reducirten Kupferoxydes entspricht der Menge des zugeesetzten Traubenzuckers und zwar reducirt 1 Aequ. des letzteren ($C_{12} H_{12} O_{12}$) = 180, 10 Aequ. Kupferoxyd = 397. Kennt man daher die Menge des reducirten Kupfers, so kennt man auch die des zugesetzten Traubenzuckers.

Auf reine wässrige Traubenzuckerlösungen, auf Trauben-, Aepfel-Saft u. dgl., auf Bierwürze, filtrirte Branntweinmaische ist die Fehling'sche Methode ohne Weiteres anwendbar. In gegohrenen Flüssigkeiten und da, wo man den reducirenden Einfluss sonstiger Stoffe fürchtet, muss man vorher diese fremden Substanzen, dadurch, dass man die zu prüfende Flüssigkeit in einem Messkolben mit Bleiessig ersetzt, Wasser bis zur Marke zufügt, absitzen lässt und durch ein trockenes Filter filtrirt, entfernen.

Dunkel gefärbte Pflanzensäfte klärt man dadurch, dass man eine abgemessene Menge bis nahe zum Kochen erhitzt, einige Tropfen Kalkmilch zusetzt, durch Thierkohle filtrirt, auswäscht und das mit dem Waschwasser gemischte Filtrat auf das 10—20fache Maass des ursprünglichen bringt.

Wohl im Auge ist zu behalten, dass die zu prüfende Zuckerlösung nicht mehr als $^1/_2$ Proc. Zucker enthalten soll. Bei stärkerer, durch Vorversuche zu ermittelnder Concentration ist angemessen mit destillirtem Wasser zu verdünnen.

Darstellung der Fehling'schen Lösung. 34,639 grm. reinen krystallisirten, durch Zerreiben und Pressen von anhängender Feuchtigkeit völlig befreiten Kupfervitriol löst man in etwa 200 CC. Wasser; in einem andern Gefässe löst man ferner 173 grm. völlig reines krystallisirtes weinsteinsaures Natronkali in 480 CC. reiner Aetznatronlauge von 1,14 spec. Gew. Hierauf giesst man die erste Lösung nach und nach zu der zweiten und verdünnt die tief blaue, klare Flüssigkeit genau auf 1000 CC.

Die Lösung ist in gut verschlossenen Flaschen an einem dunkeln Ort aufzubewahren. Vor dem Gebrauch prüft man sie, indem man 10 CC. mit 40 CC. Wasser verdünnt und einige Minuten lang kocht, scheidet sie hierbei kein Oxydul aus, nur dann ist sie anwendbar.

10 CC. der so bereiteten Lösung enthalten 0,34639 grm. Kupfervitriol und entsprechen genau 0,050 grm. wasserfreien Traubenzucker.

Ausführung. 22 CC. der Kupferlösung verdünnt man in einer Porcellanschale mit 80 CC. Wasser, fügt eine abgemessene Menge der verdünnten Zuckerlösung zu, doch nicht so viel, dass alles Kupferoxyd reducirt werden könnte, und erhitzt etwa 10 Minuten lang auf dem Wasserbade. Nach beendigter Reduktion wäscht man das Kupferoxydul durch Decantation mit siedendem Wasser aus, bringt es auf ein bereitstehendes, bei 100° C. getrocknetes, gewogenes, faltiges Filter, wäscht mit kochendem Wasser nach, trocknet und wägt.

1,982 Thle. Kupferoxydul entsprechen 1 Thl. wasserfreien Traubenzuckers.

2. *Rohrzucker.*

a. Da die Fehling'sche Lösung durch Rohrzucker nicht reducirt wird, so muss, soll vorstehend für den Traubenzucker angegebene Bestimmungsmethode auch für Rohrzucker Anwendung finden, letzterer vorher in Traubenzucker überführt (invertirt) werden. Dies geschieht, indem man ungefähr 15—20 CC. der eventuell, wie

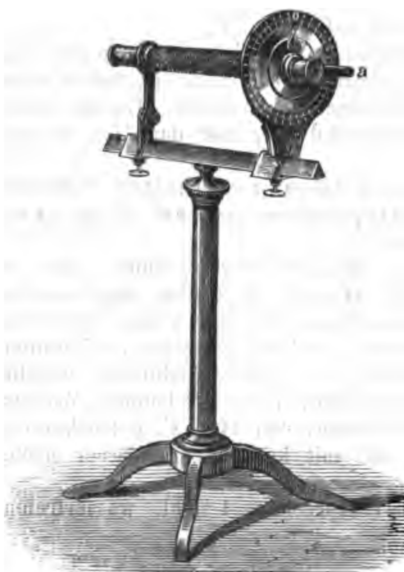
bei 1. angegeben, geklärten Lösung mit 12 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1 Th. Schwefelsäurehydrat mit 5 Th. Wasser verdünnt) 1—2 Stunden lang unter Erneuerung des verdunstenden Wassers kocht, dann die freie Säure durch eine verdünnte Lösung von kohlensaurem Natron neutralisirt, das Ganze auf das 10—20fache Volumen des ursprünglichen verdünnt und dann mit der Fehling-schen Lösung bestimmt.

100 Thle. Traubenzucker ($C_{12} H_{12} O_{12}$) entsprechen 95 Thle. Rohrzucker ($C_{12} H_{11} O_{11}$), 10 CC. der Fehling'schen Lösung werden durch 0,0475 grm. Rohrzucker zersetzt.

Rascher und genauer ist die Bestimmung des Rohrzuckers.

b. mittelst des Polarisationsinstrumentes. Das polarimetrische Verfahren gründet sich auf die Eigenschaft der Lösung des krystallisirbaren Zuckers, die Polarisationsebene nach rechts zu drehen und zwar proportional dem Gehalte der Lösung an Zucker im Volumen und proportional der Dicke der Schicht der Lösung, durch welche der polarisirte Lichtstrahl hindurchgeht. Wird diese Schicht stets gleich dick genommen, z. B. 200 Millim., so fällt der eine Faktor weg, und die Drehung ist proportional dem Gehalte der Lösung an Zucker im Volumen.

Fig. IV.



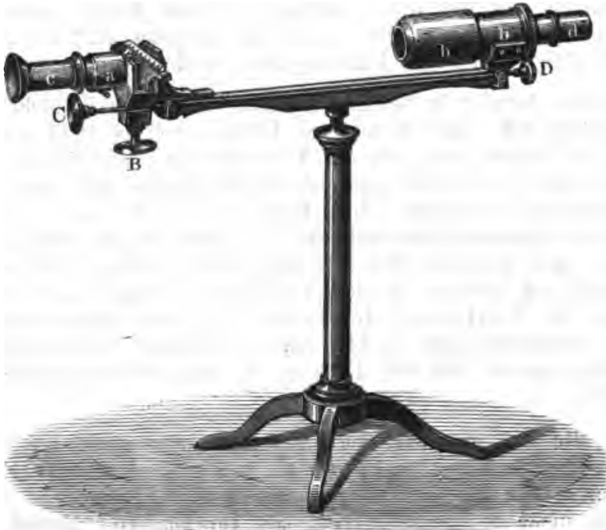
Drei Polarisationsinstrumente sind in Gebrauch, das Mitscherlich'sche, das Soleil-sche und das Soleil-Ventzke'sche. (Siehe Fig. IV. und V.)

Der Nullpunkt des Mitscherlich'schen Apparates ist der Punkt, wo sich beim Hineinsehen in denselben, wenn die eingelegte Röhre mit Wasser gefüllt ist und der Apparat vor der Lampe steht, die stärkste Verdunkelung zeigt. Die stärkste Verdunkelung soll genau durch die Mitte der Scheibe gehen, und dieselbe rechts und links am Rande in ganz gleicher Weise etwas lichter erscheinen.

Der Nullpunkt beim Soleil und Soleil-Ventzke'schen Apparat ist der Punkt, wo beim Hineinsehen beide Hälften der Scheibe

eine völlig gleiche Färbung zeigen. (Man gibt der Scheibe durch Drehung des betreffenden Knopfes eine dem Weiss möglichst nahe stehende Färbung.)

Fig. V.



Beim Mitscherlich'schen Apparat ist der 100te Grad der Theilung dahin gelegt, wo die Drehung einer Rohrzuckerlösung aufgehoben wird, welche in 100 CC. 75 grm. Zucker enthält.

Beim Soleil'schen Apparat, wo die Drehung einer Rohrzuckerlösung aufgehoben wird, welche in 100 CC. 16,35 grm. Zucker enthält.

Ventzke hat den 100sten Grad der Theilung dahin gelegt, wo die Drehung einer Rohrzuckerlösung aufgehoben wird, welche in 100 CC. 26,048 grm. Zucker enthält.

Die Einlagröhre hat bei allen drei Apparaten eine Länge von 200 Millim.

1 Grad Mitscherlich zeigt 0,75 grm. Zucker in 100 CC. Lösung an.

1 Grad Ventzke-Soleil zeigt 0,26 grm. Zucker in 100 CC. Lösung an.

1 Grad Mitscherlich entspricht 2,885 Graden Ventzke-Soleil.

1 grm. Zucker in 100 CC. Lösung dreht 1,333° Mitscherlich.

1 „ „ „ „ „ „ „ 3,85° Soleil-Ventzke.

Bei dem Mitscherlich'schen Apparat wird der Betrag der Drehung abgelesen, wenn die erleuchtete Scheibe sich halb blau, halb roth zeigt.

Bei dem Ventzke-Soleil'schen Apparat, wenn die, in Folge der Einlage der mit Zuckerlösung gefüllten Röhre nicht mehr gleichmässig gefärbte Scheibe, nach der Drehung wieder eine vollkommen gleich weissliche Färbung ihrer beiden Hälften zeigt.

Da die Angabe in Volumprocenten in der Praxis nicht üblich ist, sondern man in den meisten Fällen nach Gewichtsprocenten rechnet, so müsste man, um die Volumprocente, wie sie die Apparate angeben, in Gewichtsprocente umzurechnen, mit dem specifischen Gewicht dividiren, man hätte also noch eine specifische Gewichts-Bestimmung vorzunehmen. Um dies zu umgehen und unmittelbar den Gewichts-Procentgehalt der Substanz, Masse oder Flüssigkeit an Zucker ablesen zu können, wägt man bei Anwendung des Ventzke-Soleil'schen Apparates genau 26 grm. der zu untersuchenden zuckerhaltigen Substanz oder Flüssigkeit und bringt sie auf 100 CC. Lösung, die man dann zum Einlegen verwendet.

Ist die zu untersuchende Substanz sehr reich an Zucker, wendet man anstatt 26 grm. 13 grm. an, weil sehr concentrirte Zuckerflüssigkeiten für die Beobachtung des Drehungsvermögens in dem Apparate nicht so geeignet sind als verdünntere. Natürlich hat man dann die Anzahl der Grade zu verdoppeln. Enthält die zu untersuchende Substanz wenig Zucker, so wendet man, um den Einfluss eines Beobachtungsfehlers möglichst klein werden zu lassen, 2mal 26 oder 3mal 26 grm. an und dividirt dann mit 2 oder 3 die abgelesenen Drehungsgrade. — Für den Mitscherlich'schen Apparat müssten 75 grm. Substanz genommen werden, um durch denselben unmittelbar die Gewichtsprocente Zucker zu erfahren. Diese Lösung z. B. bei Anwendung von reinem Zucker wäre ihrer Concentration wegen ganz unbrauchbar, man nimmt deshalb für den Mitscherlich'schen Apparat 15 grm. Substanz ($^{75}/_{5}$) als das Normalquantum zu 100 CC. Lösung. Die gefundene Drehung, mit 5 multiplicirt, ergibt dann den Zuckergehalt. Selbstverständlich wendet man für zuckerärmere Substanzen ein Mehrfaches von 15 grm. an, z. B. 30 grm., 60 grm. Bei 30 grm. wird der Multiplikator 2,5; bei 60 grm. wird er 1,25.

Um die Zuckerlösungen mit den Polarisationsinstrumenten untersuchen zu können, müssen sie vollkommen klar und möglichst farblos sein oder gemacht werden. Letzteres geschieht, in den meisten Fällen ausreichend, durch Zusatz von Bleiessig (basisch essigsauren

Bleioxyd. *) Bisweilen reichen einige Tropfen des Bleiessigs aus (z. B. beim Rohzucker), um ein völlig klares und farbloses Filtrat zu erhalten; bisweilen ist eine grössere Menge davon erforderlich. Man nimmt dann gewöhnlich $^1/_{10}$ des Volumens der Zuckerlösung, also z. B. 100 CC. Zuckerflüssigkeit mit 10 CC. Bleiessig, mischt, schüttelt um und filtrirt. Da sich das Filtrat an der Luft durch gebildetes kohlensaures Bleioxyd trübt, so setzt man zweckmässig dem Filtrat einen Tropfen Essigsäure zu; es bleibt dann an der Luft klar.

Da die Zuckerflüssigkeit durch den Bleiessig um $^1/_{10}$ des Volumens verdünnt worden ist, so muss man den Graden, um welche dieselbe dreht, $^1/_{10}$ zurechnen. Hat man z. B. eine Drehung von 43,5^0 rechts beobachtet, so müssen derselben 4,35^0 zugezählt werden; die wirkliche Drehung ist demnach 43,5 + 4,35 = 47,85^0. Hat man $^2/_{10}$ Volumen Bleiessig nehmen müssen, so ist natürlich entsprechend zu corrigiren. Hätte man z. B. 54,5^0 beobachtet, so wäre in diesem Fall die wirkliche Drehung 54,5 + (2 × 5,45) = 65,40^0.

Genügt Bleiessig nicht zur Entfärbung, so muss man Knochenkohle zu Hilfe nehmen.**) Man benutzt dazu die beste Kohle, in Körnern von der Gröse der Hirsekörner, durch Absieben von dem Staube befreit. Die mit Bleiessig behandelte Flüssigkeit wird mit der getrockneten Kohle in einem verkorkten Fläschchen, unter häufigem Umschwenken, stehen gelassen, zweckmässig in gelinder Wärme filtrirt und man giesst das Ablaufende so oft auf die Kohle in das Filter zurück, bis hinreichende Entfärbung erfolgt ist. Verdunstung ist natürlich möglichst zu verhüten. Die Kohle nimmt keinen Zucker aus der Flüssigkeit weg.

Für den Fall, dass eine zu untersuchende Zuckerflüssigkeit trotzdem in der 2 Millimeter langen Beobachtungsröhre zu stark gefärbt erscheinen sollte, benutzt man eine halb so lange Röhre und verdoppelt dann natürlich die beobachtete Drehung.

Hat die Trommersche Probe in einer Zuckerflüssigkeit neben rechts drehenden Rohrzucker auch links drehenden Traubenzucker erkennen lassen, wie das z. B. in nicht alkalischen Melassen, in manchem Rohzucker und Rübensafte aus ge-

---

*) Man bereitet einen sehr gut wirkenden Bleiessig, indem man in einer Flasche 120 grm. Bleizucker und 60 grm. schwach geglühter und dann fein zerriebener Bleiglätte mit 400 CC. Wasser übergiesst, das Gemenge oft umschüttelt und in gelinder Wärme stehen lässt.

**) Scheibler (Zeitschr. f. anal. Chem. V. Jahrg. 2. H.) empfiehlt für trübe, stark opalisirende Filtrate, wie sie hie und da bei Rohzuckerlösungen vorkommen, einen Zusatz von 10—20 Tropfen einer 5procentigen Gerbsäure-Lösung vor dem Fällen mit Bleiessig.

keimten Rüben vorkommt, so würde die Genauigkeit der Polarisation wegen der durch den Traubenzucker bewirkten theilweisen Aufhebung der Rechtsdrehung alterirt werden. Um dies zu vermeiden, ist es am einfachsten und besten, den Traubenzucker durch Alkalilauge zu zerstören. Man setzt zu diesem Zweck zu der Lösung der für den Polarisations-Apparat abgewogenen Menge der festen Masse oder Flüssigkeit Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaktion, und erhitzt anhaltend bis zum Sieden oder nahe zum Sieden. Nach dem Erkalten neutralisirt man genau mit Essigsäure, verdünnt auf 100 CC, versetzt mit $^1/_{10}$ Bleiessig, filtrirt und untersucht das Filtrat im Polarisations-Apparate. Die gefundenen Grade werden für den Zusatz von Bleiessig um $^1/_{10}$ vermehrt.

Beispiel 1. Man soll einen Zuckerrübensaft mittelst des Mitscherlich'schen Polarisations-Instrumentes auf seinen Zuckergehalt untersuchen. Nachdem man den Nullpunkt des Instrumentes genau eingestellt hat, wie das bei Beginn jeder Prüfung mit einem Polarisations-Apparat selbstverständlich ist, wägt man in einem Messkölbchen genau 75 grm. Rübensaft ab, verdünnt bis auf 100 CC. mit Wasser, fügt 10 CC. Bleiessig zu, schüttelt, lässt kurze Zeit stehen und filtrirt rasch durch ein trockenes Faltenfilter, füllt das klare Filtrat in die trockene Einlegröhre und dreht mit dem Zeiger, bis die Hälfte des Gesichtsfeldes blau, die andere roth ist. Man überzeugt sich durch Wiederholung der Einstellung, ob keine Differenzen stattfinden; für diesen Fall nimmt man das Mittel von 3 Beobachtungen. Man hätte z. B. als Drehung gefunden 11,5°. Dieser Drehung ist wegen des Bleiessigzusatzes $^1/_{10}$ hinzuzuaddiren. Der wirkliche Gewichts-Procentgehalt an Rohrzucker war in dem untersuchten Saft also: $11{,}5 + 1{,}15 = 12{,}65\%$.

Die Bestimmung des Zuckergehaltes des Rübensaftes ist zugleich die Bestimmung des Zuckergehaltes der Rüben. Da die durchschnittliche Saftmenge der Rüben 96% ist, so erfährt man durch die Gleichung: $100 : 12{,}65 = 96 : x$ • $x = 12{,}14$ den Zuckergehalt der Rüben, von welchen der Saft stammte.

Für den Landwirth ist es oft wichtig, z. B. zum Zweck der Auswahl von Samenrüben, ohne die Rüben zu zerstören, deren Zuckergehalt annähernd kennen zu lernen. Da das specifische Gewicht der Zuckerrüben in gewisser Proportion zu ihrem Zuckergehalt steht, so kann man, wenn man das specifische Gewicht der Zuckerrüben weiss, einen Rückschluss auf ihre Zuckerhältigkeit machen. Das specifische Gewicht der Zuckerrüben erfährt man mittelst einer Salzlösung ganz so, wie für die Kartoffeln pag. 90 angegeben.

Die Tabelle, welche den dem specifischen Gewichte entsprechenden Gehalt an Zucker und Trockensubstanz angibt, findet sich im Anhang mitgetheilt.

Beispiel 2. Zu untersuchen ist eine Rohzuckerprobe mittelst des Ventzke-Soleil'schen Apparates. Man wägt 13 grm. des Rohzuckers im Messkölbchen ab und füllt mit Wasser bis nahezu 100 CC. auf, zuletzt setzt man ein paar Tropfen Bleiessig zu, bis das Niveau genau der Marke gleich steht, schüttelt, filtrirt und polarisirt. Man hätte die Drehung gleich 46,5° gefunden; da man nicht 26, sondern nur 13 grm. Rohzucker abgewogen hatte, so ist, um die wirklichen Gewichtsprocente zu erhalten, die Zahl der Grade mit 2 zu multipliciren. 2 × 46,5 = 93.
Der untersuchte Rohzucker enthielt demnach 93% reinen Zucker.

Beispiel 3. Ein dunkler Syrup ist mit dem Mitscherlich'schen Apparat zu untersuchen.
Man wägt 15 grm. ($^{75}/_{5}$) ab, füllt mit Wasser zu 100 CC. auf, fügt 10 CC. Bleiessig zu, schüttelt, filtrirt und polarisirt.
Drehung = 7,5°.
$^{1}/_{10}$ hinzuaddirt 7,5 + 0,75 = 8,25.
Mit 5 multiplicirt 5 × 8,25 = 41,25.
Der Syrup enthielt 41,25 Gewichtsprocente Zucker.

Beispiel 4. Ein saturirter Saft ist mit dem Ventzke-Soleil'schen Apparat zu untersuchen.
Abgewogen 78 grm. (3 × 26) bis zu 100 CC. unter Anwendung einiger Tropfen Bleiessig verdünnt, geschüttelt, filtrirt und polarisirt.
Drehung = 22,5°.
Mit 3 dividirt $\frac{22,5}{3} = 7,5$.

Der saturirte Saft enthielt demnach 7,5% Zucker.

Anmerkung. Sind die Säfte alkalisch, so setzt man denselben vor dem Verdünnen mit Wasser Essigsäure bis zur schwach sauren Reaktion zu.

Beispiel 5. Eine Melasse, die auch nach der Trommer-schen Probe Traubenzucker zeigte, soll mittelst des Mitscherlich-schen Apparates auf ihren Gehalt an Rohzucker untersucht werden.
Man wägt 15 grm. der Melasse ab, setzt etwas Wasser und Natronlauge zu, erhitzt anhaltend und lässt erkalten. Dann neutralisirt man mit Essigsäure, bis Lackmuspapier eben geröthet wird,

verdünnt mit Wasser, fügt 20 CC. Bleiessig hinzu, schüttelt um, filtrirt und polarisirt.

Die Drehung betrug 8,5°.

$^2/_{10}$ hinzuaddirt 8,5 + (2 × 0,85) = 10,2.

Mit 5 multiplicirt 5 × 10,2 = 51.

Die untersuchte Melasse enthielt 51% Rohrzucker.

3. *Milchzucker.*

Milchzucker ($C_{12} H_{12} O_{12}$) reducirt die Fehling'sche Lösung wie Traubenzucker, nur in etwas anderen Verhältnissen. Man muss daher den Milchzucknr erst durch einstündiges Kochen mit verdünnter Schwefelsäure in Traubenzucker überführen, und die freie Säure mit kohlensaurem Natron neutralisiren, ehe man mit der Fehling'schen Lösung untersucht. Die berechnete Menge Traubenzucker hat man mit 1,383 zu multipliciren, um die entsprechende Menge Milchzucker zu finden.

Dextrin.

Dextrin ($C_{12} H_{10} O_{10}$) wird wie der Milchzucker durch Kochen mit verdünnter Schwefelsäure in Traubenzucker umgewandelt. Man neutralisirt mit kohlensaurem Natron, verdünnt und prüft mit der Kupferlösung. 100 Theile Traubenzucker entsprechen 90 Theilen Dextrin oder 10 CC. der Kupferlösung 0,045 grm. Dextrin.

Stärkemehl.

Das Stärkemehl ($C_{12} H_{10} O_{10}$) bestimmt man entweder durch Abwägen der isolirt dargestellten Stärke oder durch Berechnung aus dem specifischen Gewicht (bei den Kartoffeln leicht ausführbar) oder dadurch, dass man dasselbe in Traubenzucker umwandelt.

1. Direkte Abscheidung.

a. Bei Kartoffeln und ähnlichen Wurzelgewächsen. Man zerreibt die abgewogenen Kartoffeln zu einem feinen Brei, stellt ein kleines Haarsieb in eine tiefe Schale, gibt so viel Wasser in diese, dass dasselbe etwas über den Siebboden reicht, bringt den Kartoffelbrei in das Sieb und verarbeitet ihn darin mit den Händen. Die aus den geöffneten Zellen in Freiheit gesetzten Stärkemehlkörnchen gehen durch die Maschen des Siebes hindurch und lagern sich aus der Flüssigkeit als weisser Bodensatz ab. Die Flüssigkeit färbt sich röthlichbraun, was man durch Zusatz einiger Tropfen Schwefel-

säure verhindern kann. Man bearbeitet den Kartoffelbrei so lange mit neuen Mengen Wasser, bis das abfliessende Wasser völlig klar erscheint. Dann giesst man sämmtliches Wasser zusammen, lässt absitzen, reinigt durch wiederholtes Decantiren, bringt das Stärkemehl auf ein getrocknetes und gewogenes Filter, trocknet und wägt. Die Methode ist nicht genau, da der Rückstand wegen unvollkommenen Zerreissens der Zellen immer noch stärkehaltig ist, jedoch genügt sie zur Bestimmung der bei der Stärkefabrikation aus Kartoffeln abscheidbaren Stärkemenge.

b. bei Getreide. Man übergiesst eine gewogene Menge Getreide in einem Glase mit so viel Wasser, dass dies ein paar Finger hoch darüber steht und erneuert das Wasser einige Mal. Sobald das Getreide völlig erweicht ist, was um so schneller der Fall, je höher die Temperatur, so giesst man das Wasser ab, bringt das Getreide in einen Mörser und zerstampft es zu Brei, so dass kein Korn unzerquetscht bleibt. Diesen Brei bindet man in ein leinenes, nicht zu dichtes Tuch und knetet ihn in einer Schale unter Wasser. Die Stärkekörnchen gehen durch die Maschen des Tuches und machen das Wasser milchig. Man giesst das milchige Wasser in ein geräumiges Gefäss ab, giesst reines Wasser wieder auf, knetet von Neuem und wiederholt das Abgiessen und Aufgiessen so oft, als das Wasser noch milchig wird. Nach etwa 12 Stunden hat sich aus der Flüssigkeit das Stärkemehl abgesetzt und man giesst die überstehende trübe Flüssigkeit ab. Die feuchte Stärke bringt man auf eine flache Schale, trocknet sie sorgfältig und wägt.

2. Durch Bestimmung des specifischen Gewichtes (bei Kartoffeln für technische Zwecke sehr empfehlenswerth). Man bereitet sich eine concentrirte Lösung von Kochsalz, indem man das Salz mit etwa dem dreifachen Gewichte Wasser übergiesst und filtrirt die Lösung, wenn sie nicht klar ist. Man benetzt nun die zu untersuchende Kartoffel gleichmässig mit Wasser, damit in den Vertiefungen keine Luftbläschen hängen bleiben können, wirft sie in Wasser, das sich in einem geräumigen Becherglas befindet und gibt unter tüchtigem Umrühren so lange von der Kochsalzlösung hinzu, bis die Kartoffel an jeder beliebigen Stelle in der Flüssigkeit schweben bleibt. Hierauf bestimmt man mittelst eines Aräometers das specifische Gewicht der Flüssigkeit und damit natürlich gleichzeitig das specifische Gewicht der Kartoffel, und ersieht aus nachstehender, von Balling berechneter Tabelle den entsprechenden Gehalt an Stärkemehl und Trockensubstanz.

Spec.-Gew.	Gehalt an Stärkemehl	Gehalt an Trockensubstanz	Spec.-Gew.	Gehalt an Stärkemehl	Gehalt an Trockensubstanz
1,060	9,54	16,96	1,096	17,75	25,42
1,061	9,76	17,18	1,097	17,99	25,66
1,062	9,98	17,41	1,098	18,23	25,91
1,063	10,20	17,64	1,099	18,46	26,15
1,064	10,42	17,87	1,100	18,70	26,40
1,065	10,65	18,10	1,101	18,93	26,64
1,066	10,87	18,33	1,102	19,17	26,88
1,067	11,09	18,56	1,103	19,41	27,13
1,068	11,32	18,79	1,104	19,65	27,37
1,069	11,54	19,02	1,105	19,89	27,62
1,070	11,77	19,26	1,106	20,13	27,86
1,071	11,99	19,49	1,107	20,37	28,11
1,072	12,22	19,72	1,108	20,61	28,36
1,073	12,45	19,95	1,109	20,85	28,61
1,074	12,67	20,18	1,110	21,09	28,86
1,075	12,90	20,42	1,111	21,33	29,10
1,076	13,12	20,65	1,112	21,57	29,35
1,077	13,35	20,89	1,113	21,81	29,60
1,078	13,58	21,13	1,114	22,05	29,85
1,079	13,81	21,36	1,115	22,30	30,10
1,080	14,04	21,60	1,116	22,54	30,35
1,081	14,27	21,83	1,117	22,78	30,60
1,082	14,50	22,07	1,118	23,03	30,85
1,083	14,73	22,31	1,119	23,27	31,10
1,084	14,96	22,54	1,120	23,52	31,36
1,085	15,19	22,78	1,121	23,76	33,61
1,086	15,42	23,02	1,122	24,01	31,86
1,087	15,65	23,26	1,123	24,25	32,11
1,088	15,88	23,50	1,124	24,50	32,36
1,089	16,11	23,74	1,125	24,75	32,62
1,090	16,35	23,98	1,126	24,99	32,87
1,091	16,58	24,22	1,127	25,24	33,13
1,092	16,81	24,46	1,128	25,49	33,89
1,093	17,05	24,70	1,129	25,74	33,64
1,094	17,28	24,94	1,130	25,99	33,90
1,095	17,52	25,18	1,131	26,24	34,16

Anmerkung. Von der Kartoffelkrankheit ergriffene Kartoffeln können nach dieser Methode nicht auf ihren Stärkegehalt untersucht werden.

3. Durch Umwandlung des Stärkemehles in Traubenzucker. 1 grm. lufttrockener Substanz wird mit 50 CC. Wasser und 2 grm. Schwefelsäurehydrat 2 Stunden lang im Wasserbad er-

wärmt, nach dem Erkalten verdünnt man die Flüssigkeit in einem Messkölbchen mit destillirtem Wasser auf 100 CC. und filtrirt durch ein bedecktes, trockenes Faltenfilter. Von dem Filtrat werden 50 CC. in einem 100. CC. haltenden Messkölbchen mit 4 grm. Schwefelsäure vermischt und 7—8 Stunden lang unter Ersatz des verdampfenden Wassers im Wasserbad erwärmt, neutralisirt, mit Wasser und, wenn es sehr gefärbt, mit Zusatz von etwas Bleiessig auf 100 CC. verdünnt, dann, wenn nöthig, filtrirt und mit der Fehling'schen Lösung geprüft.

100 Theile Traubenzucker entsprechen 90 Theilen Stärkemehl oder 10 CC. der Kupferlösung entsprechen 0,045 grm. Stärkemehl.

Wasserextract.

Nach Henneberg.

4—5 grm. lufttrockener, feingemahlener Substanz werden mit circa 800 CC Wasser eine halbe Stunde gekocht, dann 6—8 Stunden auf dem Wasserbade digerirt, nach dem Erkalten auf 1000 CC aufgefüllt, filtrirt, 500 CC des Filtrats eingedampft, der Rückstand bei 100° getrocknet, gewogen und nach dem Verhältniss 500: 1000 auf das Gewicht der angewandten Substanz berechnet.

Eine zweite Portion des wässerigen Auszugs wird mit Salzsäure versetzt, eingedampft, der Rückstand mit gebranntem Gyps aufgetrocknet und zur Stickstoffbestimmung mit Natronkalk verbrannt.

Aetherextract (Fett).

Nach Henneberg.

6—8 grm. feingemahlener Substanz werden in einem Kolben mit vorgelegtem nach aufwärts gerichtetem Liebig'schen Kühlapparat wiederholt mit wasserfreiem Aether ausgekocht. Nach jedesmaligem Kochen wird die ätherische Lösung von dem Rückstande in der Weise abfiltrirt, dass man auf den Kolben einen Kautschukstopfen mit doppelter Durchbohrung steckt, in welchem sich wie bei einer Spritzflasche zwei Glasröhren befinden, von denen die längere an dem eintauchenden Ende mit einem Stückchen feinen und dichten Musselins zugebunden ist. Indem man die Oeffnung der zweiten kürzeren Röhre verschliesst und den Kolben erwärmt oder Luft hineinbläst, wird der Aether durch den Musselin hindurch getrieben und fliesst aus der äusseren Oeffnung der längeren Röhre nur wenig getrübt oder auch ganz klar ab. Sämmtliche Auszüge wer-

den vereinigt, in einem 500 CC fassenden Messkolben filtrirt, der mit Aether erschöpfte Rückstand auf das Filter gebracht, ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Das Gesammtfiltrat wird auf 500 CC aufgefüllt, ein aliquoter Theil davon zur Bestimmung des Rückstandes eingedampft, bei 100—110° C. getrocknet und gewogen.

Alkoholischer Extract.

Der alkoholische Extract wird in analoger Weise wie der Aetherextract bestimmt.

Stickstofffreie Extractstoffe.

Die stickstofffreien Extractstoffe werden nicht direkt bestimmt, sondern sie werden repräsentirt durch die Differenz:

Substanz im natürlichen Zustande minus: Wasser + Kohle- und Kohlensäure- freie Asche + Proteinsubstanz + Rohfaser + Aetherextract.

Der **Salpetersäuregehalt** der Pflanzensäfte wird nach der Schulze'schen gasvolumetrischen Methode bestimmt. Abgewogene Mengen der betreffenden, frisch gepflückten Pflanzentheile werden im Wasserbade getrocknet, die feinpulverisirte trockene Substanz mit Wasser erschöpft, der Auszug mit Kalkmilch gekocht, der aufgelöste Kalk aus dem Filtrate durch Kohlensäure entfernt, die Flüssigkeit auf ein kleines Volumen eingedampt und zum Aluminium in den Apparat gebracht. Die Nothwendigkeit einer solchen Behandlung leitet sich daraus her, dass die Flüssigkeit von schleimigen Substanzen, welche ein zu starkes Aufschäumen bei der Wasserstoffentwicklung verursachen und die allseitige Berührung der gelösten Substanzen mit dem Aluminium verhindern würden, möglichst befreit sein muss. In Fällen, wo ein Pflanzensaft untersucht werden soll, welcher von vornherein nicht schleimig ist, kann derselbe unmittelbar in den Apparat gebracht werden.

Der **Ammoniakgehalt** wird nach dem Knop'schen Verfahren bestimmt.

Gerbsäurebestimmung.

1. Methode nach Hammer. 20 grm. der auf das beste zerkleinerten Substanz werden mit 200—300 CC. Wasser möglichst erschöpft, durch Leinwand filtrirt, die Lösung abgewogen, und mittelst eines Piknometers oder eines genauen Aräometers das specifische Gewicht der gleichförmig gemischten Flüssigkeit bestimmt. Hierauf wägt man von der gerbsäurehaltigen Lösung etwas mehr ab, als man braucht, um das Piknometer oder den Cylinder des Aräometers zu füllen, setzt die vierfache Menge des aus dem gefundenen Spec. Gew. für die abgewogene Flüssigkeitsmenge berechneten Gerbstoffs an Hautpulver *) zu, schüttelt einige Zeit tüchtig, filtrirt und bestimmt das Spec. Gew. des Filtrates. Zu der Differenz der beiden specifischen Gewichtsbestimmungen vor und nach der Fällung mit Hautpulver addirt man die Zahl 1 und sucht für die so erhaltene Zahl den entsprechenden Procentgehalt an Gerbstoff in nachstehender Tabelle.

Procente an Gerbstoff	Spec. Gew. bei 15° C.	Procente an Gerbstoff	Spec. Gew. bei 15° C.	Procente an Gerbstoff	Spec. Gew. bei 15° C.
0,0	1,0000	1,7	1,0068	3,4	1,0136
0,1	1,0004	1,8	1,0072	3,5	1,0140
0,2	1,0008	1,9	1,0076	3,6	1,0144
0,3	1,0012	2,0	1,0080	3,7	1,0148
0,4	1,0016	2,1	1,0084	3,8	1,0152
0,5	1,0020	2,2	1,0088	3,9	1,0156
0,6	1,0024	2,3	1,0092	4,0	1,0160
0,7	1,0028	2,4	1,0096	4,1	1,0164
0,8	1,0032	2,5	1,0100	4,2	1,0168
0,9	1,0036	2,6	1,0104	4,3	1,0172
1,0	1,0040	2,7	1,0108	4,4	1,0176
1,1	1,0044	2,8	1,0112	4,5	1,0180
1,2	1,0048	2,9	1,0116	4,6	1,0184
1,3	1,0052	3,0	1,0120	4,7	1,0188
1,4	1,0056	3,1	1,0124	4,8	1,0192
1,5	1,0060	3,2	1,0128	4,9	1,0196
1,6	1,0064	3,3	1,0132	5,0	1,0201

*) Zur Darstellung des Hautpulvers wäscht man ein zum Gerben vorbereitetes Stück (Blösse) mit Wasser gründlich aus, spannt es auf ein Brett, trocknet es in gelinder Wärme, verwandelt es mit Hilfe einer Feile zu grobem Pulver, und hebt dieses in wohlverschlossenen Gefässen zum Gebrauche auf.

2. Methode nach Risler-Beunat. 10 grm. der zu untersuchenden Substanz werden mit 500 CC. Wasser eine halbe Stunde lang gekocht, filtrirt und der Rückstand mit 500 CC. kochenden Wasser ausgewaschen. Von dem auf 1 Liter gebrachten Filtrat werden 100 CC. herausgenommen und in 100 CC. einer Zinnlösung, die im Liter 8 grm. Zinnchlorür und 2 grm. Salmiak enthält, fliessen gelassen. Der entstandene Niederschlag wird sofort filtrirt, ausgewaschen, getrocknet und gewogen; hierauf mit salpetersaurem Ammoniak geglüht, und aus dem so erhaltenen reinen Zinnoxyd das Zinnoxydul (100 SnO_2 entsprechen 89,33 SnO) berechnet und dieses von dem vorher gefundenen Gewichte des Gerbsäure-Zinnoxydulniederschlags abgezogen. Der Rest ergibt den Gehalt an Gerbsäure.

3. Nach Rudolf Wagner (Zeitschr. f. analyt. Chem. 1866 V. Jahr. 1 H.) lässt sich die Eigenschaft der Alkaloide, mit der Gerbsäure schwerlösliche Verbindungen zu bilden, mit Erfolg zur Bestimmung der Gerbsäure in den Gerbematerialien anwenden. Wagner wendet Cinchoninlösung in Combination mit Anilinroth an, wobei die Beendigung der Probe durch die röthliche Färbung der über dem Niederschlag stehender Flüssigkeit angezeigt wird.

Die zu den Gerbstoffbestimmungen dienende Cinchoninlösung wird auf die Weise erhalten, dass man

4,523 grm. neutrales schwefelsaures Cinchonin in Wasser bis zu 1 Liter löst und die Lösung mit essigsaurem Rosanilin (0,08—0, 10 grm.) roth färbt. 1 CC. der Lösung entspricht 0,01 grm. Gerbsäure, oder, wenn man 1 grm. Gerbematerial zum Versuche anwendet, 1 Proc.

Es ist vortheilhaft, die Lösung mit etwa 0,5 grm. Schwefelsäure anzusäuren, da hierdurch die Unlöslichkeit des Niederschlags erhöht und dessen Absitzen befördert wird.

Zur Ausführung der Gerbstoffbestimmung werden 10 grm. der gerbstoffhaltigen Substanz durch Auskochen mit destillirtem Wasser erschöpft und die Abkochungen nach dem Filtriren auf 500 CC. gebracht. 50 CC. davon (1 grm. Gerbematerial entsprechend) werden mit der Cinchoninlösung gefällt, bis die über dem flockigen Niederschlage stehende Flüssigkeit nicht mehr trüb ist, sondern eine schwach röthliche Färbung die Ausfällung der Gerbsäure anzeigt.

Anmerkung. Um das Cinchonin wieder zu gewinnen, werden die Niederschläge, aus gerbsaurem Cinchonin (nebst etwas gerbsaurem Rosanilin) bestehend, gesammelt, mit überschüssigem Bleizucker und Wasser gekocht, bis die röthliche Farbe der Niederschläge in eine braune übergegangen und alles Cinchonin in Lösung getreten ist.

Aus der noch siedendheiss filtrirten Flüssigkeit wird der Ueberschuss des Bleies durch überschüssige Schwefelsäure abgeschieden und die vom Bleisulfat getrennte röthlich gefärbte Cinchoninlösung durch Eindampfen (erforderlichen Falles unter Zusatz von Schwefelsäure) etc. etc. in neutrales schwefelsaures Cinchonin übergeführt.

Harn der Pflanzenfresser.

Specifisches Gewicht.

Man bestimmt dasselbe entweder mittelst der kleinen Aräometer, welche zu den Untersuchungen menschlichen Harns für medicinische Zwecke dienen und die dritte Decimalstelle noch mit Genauigkeit angeben, oder mittelst des Piknometers bei genauer Beobachtung der Temperatur.

Trockensubstanz.

Entweder verfährt man, wie pag. 75 angegeben, oder verdampft ungefähr 15 CC. des Harns mit 3 grm. reinen Quarzsand in eigens dazu angefertigten kleinen Schälchen oder Schüsselchen aus feinstem Glas, zuerst auf dem Wasserbade und trocknet dann bei 110° C. im Luftbade vollständig aus.

Stickstoff.

Zur Stickstoffbestimmung verwendet man die Trockensubstanz in vorgenannten Schälchen. Dieselbe wird sammt dem Schälchen unter Natronkalk im Mörser durch einen leichten Druck des Pistilles zerstossen, dem Natronkalk gut beigemischt und in die Verbrennungsröhre eingefüllt. Das weitere Verfahren siehe pag. 63 *ff.*

Freie und gebundene Kohlensäure.

Zu 55 CC. Harn setzt man in einem Stöpselglas etwas Chlorbarium, filtrirt, wäscht aus, trocknet bei 100° C. und bestimmt in dem Niederschlag von kohlensaurem Baryt mittelst des Geissler'schen Apparates die gebundene Kohlensäure des Harns.

Zu weiteren 50 CC. Harn setzt man etwas Chlorbarium + Ammoniak, filtrirt, wäscht aus, trocknet und bestimmt in diesem Niederschlage mit dem Geissler'schen Apparat die gebundene sammt der freien Kohlensäure.

Aus der Differenz ergibt sich die Menge der freien Kohlensäure.

Hippursäure.

Man entfärbt den zu untersuchenden Harn durch Behandeln mit Knochenkohle in der Kälte, verdampft 200 CC. des entfärbten Harns im Wasserbade bis auf ungefähr 50 grm., versetzt mit 20 CC.

Salzsäure, lässt 48 Stunden in der Kälte stehen, sammelt den entstandenen Niederschlag auf einem gewogenen Filter, wäscht bis zum farblosen Ablaufen des Waschwassers mit kleinen Portionen kalten Wassers, bestimmt das Filtrat und vom Filter abgepresste Flüssigkeit (letztere durch Wägung) und addirt für je 6 CC. (resp. 6 grm.) derselben eine Correktion von 0,01 grm. zu der durch Wägung erhaltenen Menge von Hippursäure.

Harnstoff.

Die elementar-analytisch ermittelte Stickstoffmenge des Harns minus dem Stickstoff der Hippursäure ergibt den auf den Harnstoff entfallenden Stickstoff.

Hippursäure × 0,0782 = Stickstoff
Stickstoff × 2,142 = Harnstoff.

Asche.

25 CC. werden in einer Platinschale zur Trockene verdampft, über der Lampe verkohlt und die Kohle dreimal mit etwa 30—40 CC. Wasser ausgekocht. Die unlösliche Kohle sammt Filterchen lässt sich dann leicht in der Platinschale zu weisser Asche verbrennen. Letzterer gibt man dann den Wasserextrakt zu, dampft ein, glüht schwach und wägt.

Untersuchung des Darmkothes.

Alle hierauf bezüglichen Bestimmungen werden vorgenommen wie für die Untersuchung der Futterstoffe angegeben. Bei der Untersuchung des Darmkothes versäume man ja nicht, das Mikroskop zu benutzen, da man durch dasselbe manche wichtige Anhaltspunkte leicht erhält.

Essig.

Die Prüfung des Essigs auf seinen Gehalt an Essigsäure ($C_4 H_3 O_3 = 51$) geschieht durch Titriren mit Natronlauge. (Siehe pag. 65.)

Eine etwaige Verfälschung des Essigs mit Schwefelsäure ist leicht durch Chlorbaryum zu erkennen.

Melasse.

Trockensubstanz.

30 grm. Melasse werden mit der 5fachen Menge frisch geglühten reinen Quarzsandes gemengt und der steife, zusammenhangslose Teig bei 110° C. im Luftbade getrocknet, bis kein Gewichtsverlust mehr eintritt.

Proteinkörper.

Ein Theil des so getrockneten Rückstandes verbrennt man mit Natronkalk und berechnet aus der erhaltenen Ammoniakmenge den Proteingehalt der Melasse.

Anmerkung. Die stickstoffhaltigen Stoffe der Melasse unterscheiden sich ganz wesentlich von denen im Wiesenheu, Rapskuchen etc. Sie kommen in ihren chemischen Eigenschaften weder dem Pflanzenalbumin, noch Casein, Fibrin oder Legumin irgendwie nahe.

Zucker.

Mittelst des Polarisations-Instrumentes, wie pag. 67 angegeben.

Asche.

30 grm. Melasse werden in einer Porcellanschale bei gelindem Feuer verkohlt, die Kohle recht fein zerrieben, wiederholt mit kochendem Wasser extrahirt, der unlösliche kohlige Rückstand weiss gebrannt, die Asche zu dem Wasserextract gefügt, Alles zur Trockene eingedampft, gelind geglüht und gewogen. *)

---

*) Für die Bestimmung der Alkalien in der Melasse empfiehlt Weiler nach Stolba die Anwendung der Kieselflusssäure. (A. E. Komers Jahrb. f. österr. Landw. 1867 pag. 125). 5 grm. der zu untersuchenden Melasse werden in einem Becherglase in circa 30 CC. Kieselflusssäure (von 4½—5%) gelöst und hiezu das gleiche Volumen Alkohol von 80% Tr. unter Umrühren mit einem Glasstabe hinzugefügt. Nachdem die Mischung, welche auf Zusatz des Alkohols sich stets etwas erwärmt, abgekühlt ist und sich vollkommen geklärt hat, bringt man zuerst die über dem Niederschlage befindliche Flüssigkeit auf ein Filter und süsst darauf den Niederschlag so lange mit schwächerem Spiritus von 58—60% Tr. aus, bis empfindliches Lackmuspapier nicht mehr geröthet wird.

Der noch feuchte Niederschlag wird mit dem Filter in eine Porcellanschale gebracht, worin circa 200 CC. Wasser zuvor bis nahe zum Kochen erhitzt wurden, einige Tropfen Lackmustinktur zugesetzt und aus einer in ⅕ CC. getheilten Bürette so viel Normalkalilösung zufliessen gelassen, bis die Flüssigkeit bei dem letzten Tropfen eben eine konstante blaue Färbung erlangt. Da die nach dem Einäschern der Melassen u. s. w. erhaltenen Salze zum grössten Theile aus kohlensauren Alkalien bestehen und als solche gewogen werden, so würde man die verbrauchten CC. der Normal-Alkalilösung einfach mit dem Faktor: 0,06911 zu multipliciren und das

Milch (Buttermilch, Molken).

Trockensubstanz.

In einer tarirten Porcellanschale werden 15—20 grm. Milch abgewogen, mit 3—4 grm. vollkommen trockenen Gypses *) versetzt, bis zum Sieden erhitzt, im Wasserbad abgedampft und bei 110° C. getrocknet. Dann wägt man und erhält nach Abzug des Gewichtes des angewandten Gypses vom Gesammtrückstand das Gewicht der festen Stoffe der Milch.

Butter.

Die auf eben angegebene Weise erhaltene Trockensubstanz pulverisirt man so fein wie möglich, und wägt den grösseren Theil davon in ein tarirtes Glaskölbchen, zieht so lange mit kleinen Mengen Aether aus, als dieser noch etwas aufnimmt, was man erkennt, wenn man einen Tropfen auf einer Glastafel verdunsten

---

Produkt durch 2 zu dividiren haben, um den Gehalt an kohlensaurem Kali zu erfahren. Aus einer sehr grossen Reihe von Analysen der Melassen-Aschen hat Weiler gefunden, dass die darin enthaltenen Kalisalze zu den Natronverbindungen sich wie 7 : 1 verhalten, so dass er für die Berechnung des Salzgehaltes auf kohlensaure Alkalien für sämmtliche Zuckerprodukte den Faktor 0,0665 in Vorschlag bringt, bis genauere Untersuchungen eine andere Zahl hiefür ergeben.

Beispiel: 5 grm. Melasse in 30 CC. Kieselflusssäure gelöst und mit dem gleichen Volumen Alkohol gemischt, geben eine Fällung von Kiesel-Fluoriden, die 15,4 CC. Normalalkalilösung erforderte

$$0{,}0665 \times 15{,}4 = 1{,}0241.$$

Da das erhaltene Produkt zunächst durch 2 zu dividiren ist (da ein Aequivalent dieses Salzes 2 Aequivalente Kali zur Zerlegung bedarf), darauf aber wieder für die Berechnung des procentischen Gehaltes mit 20 multiplicirt werden muss, so ist es klar, dass man bei Anwendung von 5 grm. Melasse den procentischen Gehalt sogleich erfährt, sobald man das Komma um eine Decimalstelle nach rechts setzt. Hieraus ergiebt sich in dem vorliegenden Falle der Gehalt an kohlensauren Alkalien zu 10,241% (durch Verkohlen, Auslaugen und Abdampfen wurde derselbe zu 10,301% gefunden.

Bei der Untersuchung von Rohzuckern, Füllmassen und Syrupen verfährt man in ganz gleicher Weise wie bei den Melassen; wegen ihres geringeren Salzgehaltes ist es zweckmässig, 10 grm. zur Salzbestimmung zu verwenden.

Für die Bestimmung des Salzgehaltes in den Rübensäften lassen sich am bequemsten 50 CC. des mit $^1/_{10}$ Volumen Bleiessig behandelten Saftes verwenden.

*) Um sich solchen Gyps in Vorrath zu bereiten, befeuchtet man gebrannten Gyps mit Wasser, reibt die hartgewordene Masse zu feinem Pulver, trocknet im Luftbad bei 110° C. und bewahrt den so präparirten Gyps in einem vollkommen trockenen und luftdichten Glase auf.

lässt, giesst nach dem Absetzen den Aether möglichst vollständig und klar ab, verdunstet den noch rückständigen im Wasserbade, trocknet das Glaskölbchen sammt Rückstand bei 110° C und wägt. Der Gewichtsverlust, den das Milchpulver (in welchem der entsprechende Gypsgehalt nicht zu vergessen ist) durch Extraktion mit Aether erleidet, ist gleich dem Gewicht der Butter.

Zur Controle verdampft man die ätherischen Auszüge, nachdem der grösste Theil des Aethers mit Vorlegung eines kleinen Liebig'schen Kühlers abdestillirt wurde und wägt die rückständige Butter.

Man könnte recht gut auch die von E. Münch zur Bestimmung der Oelmengen in Pflanzenstoffen empfohlene Methode anwenden. In einer 36 Cm. langen und 18 Mm. weiten, unten zugeblasenen Glasröhre werden 5 grm. der zu untersuchenden Substanz mit 25 grm. Aether gelinde erwärmt, zugestopft und 6 bis 8 Stunden unter öfterem Schütteln macerirt. Den Stand des Aethers bezeichnet man durch eine Marke, so dass man denselben wieder ersetzen kann, im Falle sich etwas verflüchtigt haben sollte. Man schüttelt um, lässt klar absitzen und verdampft 10 grm. der klar gewordenen Lösung des Oeles in Aether, im Wasserbade. Das zurückbleibende Oel oder Butter wird gewogen und daraus der Procentgehalt berechnet.

Milchzucker.

20 grm. Milch versetzt man in der Kochhitze zur Abscheidung des Caseins mit einigen Tropfen Essigsäure, klärt die colirten Molken mit ein wenig Eiweiss, filtrirt, kocht mit etwas Schwefelsäure, bringt durch Zusatz von Wasser die Flüssigkeit auf etwa 200 CC und prüft alsdann mit der Fehling'schen Lösung. Siehe pag. 87.

Asche.

15—20 grm. Milch wägt man in einer tarirten Porzellanschale ab, setzt einige Tropfen Essigsäure hinzu, dampft im Wasserbade bis zur Trockene ein, glüht, bis die Kohle verbrannt ist, lässt den Tiegel über Schwefelsäure erkalten und wägt.

Proteinkörper.

Die Menge der Proteinkörper berechnet man entweder aus der Differenz Trockensubstanz minus Butter + Milchzucker + Asche oder bestimmt sie direkt durch Verbrennen eines Theiles der noch restirenden Trockensubstanz mit Natronkalk und Multipliciren der erhaltenen Stickstoffmenge mit 6,25.

Prüfung des gemalzten und ungemalzten Getreides auf seinen Werth für die Brauerei.

Man weicht in einer gewogenen Schale 100 grm. des Malzschrotes mit 400—450 grm. kalten Wassers eine Stunde lang ein, erwärmt dann drei viertel Stunden bei einer Temperatur von 55—60° R., steigert nun die Temperatur bis zum anfangenden Sieden der Maische, lässt erkalten und füllt mit Wasser nach, bis der Inhalt der Schale 533 grm. wiegt. In dem Malze kann man nämlich 33% Unlösliches (Trebern) annehmen, so dass also die Menge der Flüssigkeit 500 grm. beträgt.

Hierauf colirt oder filtrirt man und bestimmt den Procentgehalt der Würze an Extrakt mittelst des Sacharometers.

Beispiel: Man habe am Sacharometer 11,5 Grade abgelesen, 100 grm. Würze enthalten also 11,5 grm. Extrakt. Die Gesammtwürze wog 500 grm., in ihr sind $5 \times 11,5 = 57,5$ grm. enthalten. Die Extraktausbeute aus dem Malze beträgt also, da die 500 grm. Würze 100 grm. Malz entsprechen, 57,5 Procent.

Gutes Gerstenmalz soll 60—65% Extrakt ergeben.

Will man nun, nachdem die Ausbeute des Malzes an Extrakt bekannt ist, auch die Extraktausbeute ungemalzten Getreides kennen lernen, so ersetzt man bei dem eben angegebenen Verfahren die Hälfte des Malzes durch das sehr fein geschrotete Getreide.

Beispiel: Genommen wurden 50 grm. eines Malzes von 60% Extrakt und 50 grm. feingeschroteter Weizen. Am Sacharometer hat man abgelesen 12,5 Grade, so hat man in den 500 grm. Würze $5 \times 12,5 = 62,5$ grm. Extrakt. Diese Zahl verdoppelt, also 125, gibt die Extraktausbeute aus 100 Gerstenmalz und 100 Weizen. Das Gerstenmalz gab 60% Extrakt, diese Zahl von 125 abgezogen, bleibt 65, als die Extraktausbeute aus 100 Weizen.

Nach Balling geben im Mittel Extrakt:

Weizen	70%
Roggen	65 „
Gerste	60 „
Hafer	42 „
Mais	70 „

Anmerkung. Das Resultat dieser Versuche kann natürlich kein völlig genaues sein, weil dabei vorausgesetzt wird, dass die Substanzen 33 Proc., also $^1/_3$ ihres Gewichtes, Trebern geben, was natürlich nicht genau richtig ist, aber für die Praxis sind im Allgemeinen die Resultate genau genug.

Bieruntersuchung.

Kohlensäure.

Man wägt 200 grm. des zu untersuchenden Bieres in einem kleinen Kolben ab, verschliesst denselben mit einem Korke, in welchem eine Chlorcalciumröhre befestigt ist, wägt den ganzen Apparat und erwärmt unter vorsichtigem Schütteln, bis das Schäumen des Bieres gänzlich aufgehört hat. Das Kohlensäuregas entweicht, der Alkoholdampf und das Wasser werden von dem Chlorcalcium zurückgehalten. Der Gewichtsverlust, welchen der Apparat nach Beendigung das Versuchs und nach vollständigem Erkalten zeigt, ist gleich dem Gewichte der Kohlensäure.

Extrakt.

a. Direkte Bestimmung. Man dampft 200 grm. Bier auf dem Wasserbade in einer gewogenen Porzellanschale ein, trocknet den Rückstand vorsichtig bei 110° C. so lange noch Gewichtsverlust stattfindet und zieht schliesslich das Gewicht des Schälchens ab vom Gewichte des Schälchens mit dem eingetrockneten Malzextrakt.

b. Bestimmung durch das specifische Gewicht. 500 grm. Bier kocht man ungefähr bis auf die Hälfte, und bis der Alkohol vollständig verflüchtigt ist, ein, gibt zu der eingekochten Flüssigkeit genau so viel Wasser bis zum ursprünglichen Gewicht des angewandten Bieres und bestimmt nun entweder direkt durch das Sacharometer oder indirekt durch Bestimmung des specifischen Gewichtes und nachstehende Tabelle die Extraktmenge.

Tabelle

über die den Spec. Gew. entsprechenden Sacharometergrade und über die Correction bei einer während der Beobachtung von der Normaltemperatur (14°) um einen Grad verschiedenen Temperatur, für Grade Reaumur.

Procente abgelesen	Correction c	Spec. Gew. abgelesen	Correction c'	Procente abgelesen	Correction c	Spec. Gew. abgelesen	Correction c'
1.	0,020	1,0088	0,00009	14.	0,029	1,0570	0,00014
2.	0,020	1,0077	0,00009	15.	0,031	1,0612	0,00014
3.	0,021	1,0117	0,00009	16.	0,033	1,0655	0,00015
4.	0,021	1,0157	0,00009	17.	0,035	1,0698	0,00016
5.	0,021	1,0197	0,00009	18.	0,040	1,0742	0,00019
6.	0,022	1,0237	0,00010	19.	0,045	1,0787	0,00021
7.	0,022	1,0278	0,00010	20.	0,050	1,0832	0,00024
8.	0,023	1,0319	0,00010	21.	0,055	1,0878	0,00026
9.	0,024	1,0360	0,00010	22.	0,060	1,0924	0,00029
10.	0,025	1,0401	0,00011	23.	0,065	1,0971	0,00031
11.	0,025	1,0443	0,00011	24.	0,070	1,1018	0,00034
12.	0,026	1,0485	0,00012	25.	0,075	1,1066	0,00036
13.	0,027	1,0527	0,00012				

Alkohol.

Man destillirt 500—1000 grm. Bier aus einer in die Höhe gerichteten Retorte mit vorgelegtem Liebig'schen Kühler unter sehr vorsichtigem Erhitzen, um das Uebersteigen zu verhüten, ungefähr bis zu einem Drittel der Flüssigkeitsmenge ab, wägt das Destillat und ermittelt nun bei 12,5° R. das specifische Gewicht desselben mittelst des Piknometers oder bestimmt den Alkoholgehalt mit Hilfe eines genauen Volumprocent-Alkoholometers und nachstehender Tabelle. Schliesslich berechnet man aus der Gesammtmenge des Alkohols im Destillate die Alkoholmenge im angewandten Bier.

Specifisches Gewicht bei 12,5° R.	Volum-procente	Gewicht-procente	Specifisches Gewicht bei 12,5° R.	Volum-procente	Gewicht-procente
0,9985	1	0,80	0,9854	11	8,87
0,9977	1,5	1,20	0,9849	11,5	9,28
0,9970	2	1,60	0,9843	12	9,69
0,9963	2,5	2,00	0,9838	12,5	10,10
0,9956	3	2,40	0,9832	13	10,51
0,9949	3,5	2,80	0,9827	13,5	10,92
0,9942	4	3,20	0,9821	14	11,33
0,9935	4,5	3,60	0,9816	14,5	11,74
0,9928	5	4,00	0,9811	15	12,15
0,9921	5,5	4,40	0,9806	15,5	12,56
0,9915	6	4,81	0,9800	16	13,00
0,9909	6,5	5,21	0,9795	16,5	13,40
0,9902	7	5,62	0,9690	17	13,80
0,9896	7,5	6,02	0,9785	17,5	14,22
0,9890	8	6,43	0,9780	18	14,63
0,9884	8,5	6,83	0,9775	18,5	15,04
0,9878	9	7,24	0,9770	19	15,46
0,9872	9,5	7,64	0,9765	19,5	15,87
0,9866	10	8,05	0,9760	20	16,28
0,9860	10,5	8,46	0,9755	20,5	16,69

Beispiel. 600 grm. Bier ergaben 250 grm. Destillat von 0,9827 Spec. Gew. 12,5° R. Das Destillat enthielt nach der Tabelle also 10,92 Gewichtsprocente Alkohol. In 250 grm. Destillat sind demnach 27,30 grm. Alkohol enthalten. Und da die 250 grm. Destillat 600 grm. Bier entsprechen, so enthält das Bier (600 : 27,30 = 100 : x x = 4,55) 4,55% Alkohol.

Stärkezucker und Stärkegummi.

Man dampft 200 grm. Bier bis zur Syrupsconsistenz ein, oder weicht das früher erhaltene trockene Extrakt mit Wasser zu einem dünnen Syrup auf, und setzt nach und nach unter Umrühren starken Weingeist hinzu, so lange Ausscheidung von Gummi erfolgt. Die klare braune Zuckerlösung lässt sich leicht von dem zähen Gummi abgiessen, und letzteres kann durch wiederholtes Aufweichen in wenig Wasser und Abscheiden durch Weingeist fast vollständig von dem Zucker befreit werden. Das in dem Schälchen getrocknete Gummi und der nach dem Verdunsten des Weingeistes zurückbleibende Zucker werden schliesslich gewogen.

Proteinkörper.

Man verbrennt 0,5—0,9 grm. des Bierextraktes mit Natronkalk und multiplicirt die gefundene Stickstoffmenge mit 6,25.

Milch- und Essigsäure.

Man titrirt mit Natronlauge in dem entkohlensäuerten Biere zunächst die Summe der Milchsäure und Essigsäure, dann dampft man eine neue Probe Bier bis zur Syrupsdicke ein, wodurch die Essigsäure entfernt wird, und erfährt nun durch eine zweite Titrirung die Menge der Milchsäure allein. Durch eine einfache Subtraktion ergibt sich die Zahl für die Essigsäuremenge.

Asche.

Man erhitzt eine gewogene Menge Bierextrakt bis zum Verkohlen und äschert die Kohle in einem Platintiegel oder Porzellantiegel ein.

Oft ist es wichtig, z. B. zur Nachweisung von Dextrinzucker als Malzsurrogat, den Phosphorsäuregehalt des Bieres zu kennen. Um die Phosphorsäure im Biere zu bestimmen, kann man, nachdem man eine gewogene Menge desselben durch Schütteln entkohlensäuert, auf die Hälfte des ursprünglichen Volumens abgedampft und dann wieder mit Wasser auf dasselbe verdünnt hat, mit Uranlösung, wie pag. 142 f. angegeben, titriren oder man mischt ungefähr 300 CC. des zu untersuchenden Bieres mit etwas Natron- oder Kalilauge, dampft zur Trockene ab und äschert den Rückstand ein, nimmt die Asche mit Salpetersäure auf, fällt die Lösung mit Ammoniak, löst den Niederschlag in Essigsäure und fällt die Lösung mit essigsaurem Bleioxyd. Nach Zersetzung des Bleiniederschlages durch Schwefelammonium wird im Filtrate die Phosphorsäure als phosphorsaure Magnesia bestimmt.

Anmerkung. Kennt man die in einem Bier enthaltene Alkohol- und Extraktmenge, so ist man im Stande, die Frage nach der Concentration der Würze, welcher das Bier entstammt, zu lösen, wenn man die Menge der bei der Gährung in Form von Hefe ausgeschiedenen Extrakt-Bestandtheile und eine angemessene Wasserquantität als Gährungsverlust hinzurechnet.

Genaue Versuche Balling's ergaben, dass für je 100 Gewichtstheile zersetzter Glykose 5,619 Hefe gebildet werden.

Ferner steht erfahrungsmässig fest, dass die Summe noch mit der Zahl 0,964 multiplicirt werden muss, um ein der Wahrheit möglichst nahe kommendes Resultat zu erhalten.

Ein Bier habe z. B. 4,5 Gewichtsprocente Alkohol und 5,6 Proc. Extrakt enthalten. Welche Concentration hatte die Würze?

4,5 Alkohol erforderten (man kann durchschnittlich annehmen, dass 51,11 Alkohol 100 Glykose entsprechen) 8,80 Glykose, bei deren Zersetzung 0,49 Extraktbestandtheile als Hefe abgeschieden wurden.

Die Zusammensetzung wäre also gewesen

8,80	Proc.	Glykose
5,60	„	Extrakt
0,49	„	Hefenstoffe
14,89		

Diese Zahl multiplicirt mit 0,964 ergibt 14,35 Procent als den Gehalt der Stammwürze.

Wein

nach Nessler.

Weingeist.

Die Bestimmung geschieht ganz nach der beim Bier pag. 99 angegebenen Methode.

Zucker.

100 CC. Wein werden mit 2—3 grm. gereinigter Thierkohle entfärbt und im Filtrat mit Kupferlösung nach pag. 80 der Zucker bestimmt.

Anmerkung. Wird Wein mit Aetzkalk neutralisirt, dann, um Aepfelsäure und Bernsteinsäure auszufällen, mit Weingeist versetzt, so erhält man im Filtrat durch Zusatz von wenig Baryt einen mehr oder weniger starken Niederschlag, je nachdem im Wein viel oder wenig Zucker gefunden wurde. Diese Reaktion auf Rohr- und auf Traubenzucker ist sehr empfindlich und wird durch Schwefelsäure, Aepfelsäure und Bernsteinsäure nicht gestört.

Die freie Säure überhaupt wird mit einer Natronlösung von bekanntem Gehalt (siehe pag. 65) bestimmt. Aequivalent der Weinsäure = 75.

Essigsäure.

25 CC. Wein werden im Wasserbad, ohne dass die Flüssigkeit in's Sieden kommt, eingedampft, dann eine gewogene Menge zerstossener sorgfältig mit Säure gewaschener Quarz zugesetzt und unter öfterem Umrühren weiter eingedampft, bis die Masse nicht mehr sauer riecht.

Nach dem Erkalten über Chlorcalcium wird die Schale wieder gewogen und die noch vorhandene Menge freier Säure unter Erwärmen mit Natronlauge bestimmt. Der Unterschied zwischen der jetzt und der im Wein gefundenen Menge freier Säure überhaupt wird als Essigsäure berechnet.

Anmerkung. Ausser der Essigsäure kann der Wein noch andere flüchtige Säuren enthalten, die in der angegebenen Weise auch als Essigsäure bestimmt werden; doch bildet letztere jedenfalls weitaus die Hauptmenge der flüchtigen Säuren.

Weinstein.

20 CC. Wein werden mit Weingeist von 90 Procent auf 60 CC. verdünnt und mehrere Tage in einem gut verschlossenen Gefässe stehen gelassen, dann 30 CC. der klaren Flüssigkeit titrirt. Von der nöthigen Natronlauge werden 0,3 CC. abgezogen und dann aus der Abnahme des Säuregehaltes die Menge Weinstein berechnet.

Für je ein Aequivalent Säure, das aus der Flüssigkeit verschwunden ist, wird 1 Aequivalent Weinstein angenommen.

Anmerkung. Diese Methode gründet sich auf folgende Voruntersuchungen: Zu 25 CC. kalt gesättigter Lösung von Weinstein waren Natronlauge (1 CC. = 0,0031) nöthig: 7,5 CC.; 25 CC. dieser Lösung mit Weingeist von 90 Proc. zu 50 CC. verdünnt, brauchten 25 CC. der klaren Flüssigkeit 0,50 CC.; 25 CC. gesättigter Lösung von Weinstein in 11percentigen Weingeist mit Weingeist von 90 Proc. auf 75 CC. verdünnt und 2 Tage stehen gelassen, brauchten 30 CC. = 0,3 Natronlauge.

Weinsäure.

100 CC. Wein werden etwa auf die Hälfte eingedampft, die Weinsäure mit Kalkwasser in geringem Ueberschuss gefällt, der abfiltrirte weinsaure Kalk mit kohlensaurem Kali und Wasser gekocht, die filtrirte Flüssigkeit etwas eingedampft, dann mit Essigsäure angesäuert und der Weinstein durch viel Weingeist gefällt, getrocknet und gewogen.

Aepfelsäure.

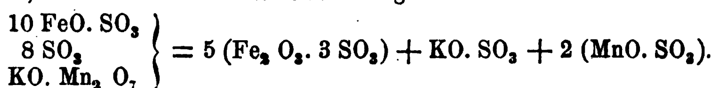
Die vom weinsauren Kalk abfiltrirte Flüssigkeit wird etwa zu $^1/_3$ eingedampft, mit viel Weingeist der äpfelsaure, bernsteinsaure und schwefelsaure Kalk gefällt, mit Weingeist ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Nach Abzug des schwefelsauren Kalkes (die Schwefelsäure wird in einer besondern Probe bestimmt) berechnet man diesen Niederschlag als äpfelsauren Kalk und hieraus die Aepfelsäure.

Aschebestandtheile.

100 CC. Wein werden eingedampft und sorgfältig verbrannt.

Maassanalytische Bestimmung des Eisens, Eisenoxyduls und Eisenoxydes.

Die Methode beruht darauf, dass eine, überschüssige Säure enthaltende Eisenoxydullösung durch übermangansaures Kali oxydirt wird, unter Reduktion der Uebermangansäure



$$\left.\begin{array}{l} 10\,FeO.\,SO_3 \\ 8\,SO_3 \\ KO.\,Mn_2\,O_7 \end{array}\right\} = 5\,(Fe_2\,O_3.\,3\,SO_3) + KO.\,SO_3 + 2\,(MnO.\,SO_3).$$

Zunächst stellt man sich aus krystallisirtem übermangansauren Kali eine wässrige Lösung dar und bestimmt genau, wie viel CC. dieser Lösung nöthig sind, um eine gewisse Menge Eisen aus dem Zustande des Oxyduls in den des Oxyds überzuführen. Man löst zu diesem Zweck 0,2 — 0,4 grm. dünnen, rostfreien Klaviersaitendraht in einem kleinen langhalsigen Kolben, bei möglichstem Luftabschluss in ungefähr 20 CC. sehr verdünnter Schwefelsäure auf, lässt erkalten und füllt mit Wasser bis auf 200 CC nach, legt unter den Kolben ein Blatt weissen Papieres und setzt nun aus einer Gay-Lussac'schen oder aus einer mit Glashahn versehenen Bürette unter sorgfältigem Umschütteln so lange von der Chamäleonlösung tropfenweise zu, bis die Flüssigkeit durch den letzten Tropfen eine schwache, aber unverkennbare, beim Umrühren bleibende röthliche Farbe zeigt. Man liest dann ab und notirt die Zahl der verbrauchten CC.

0,2 grm. Eisendraht dürfen nicht weniger als 20—30 CC. Chamäleonlösung gebrauchen, sonst ist letztere zu concentrirt und muss verdünnt werden.

Zuweilen nimmt die Flüssigkeit eine braune Farbe an, wird trüb und setzt einen braunen Niederschlag ab, dann fehlt es der Lösung an freier Säure.

Hat man so den Titre der Chamäleonlösung richtig gestellt, so bietet die Bestimmung des Eisens, wie Eisenoxyduls, die ganz wie eben angegeben vorgenommen wird, keine Schwierigkeit.

Das Eisenoxyd muss vor der Bestimmung jedoch in Eisenoxydul reducirt werden. Dies geschieht dadurch, dass man die zu

untersuchende, Eisenoxyd enthaltende Substanz in Salzsäure oder Schwefelsäure löst, einen mässigen Ueberschuss von Säure zufügt und zu der in einem langhalsigen Kolben befindlichen Lösung Stückchen eisenfreies Zink wirft. Durch das sich entwickelnde Wasserstoffgas wird das Eisenoxyd zu Oxydul reducirt und die vorher gelbe oder gelbrothe Flüssigkeit vollständig entfärbt. Ist dies geschehen, lässt man erkalten, giesst von dem etwa noch rückständigen Zink vorsichtig in ein Becherglas, spült sehr reichlich mit Wasser nach und titrirt nun wie angegeben.

Beispiel. 100 CC. der dargestellten Chamäleonlösung entsprächen 0,99 grm. Eisen.

Man hätte bei einer Bodenanalyse (siehe pag. 118) einen 0,975 grm. wiegenden Niederschlag von Eisenoxyd, Thonerde und Phosphorsäure auf die Eisenoxydmenge zu untersuchen. Nachdem man ihn in Salzsäure aufgelöst, mittelst Zink oder, wie bei der Bodenanalyse angegeben, schwefligsaurem Natron reducirt hat, titrirt man die Lösung.

Verbraucht wurden 34 CC. Chamäleonlösung.

$$100 : 0{,}99 = 34 : x \qquad x = 0{,}337$$

0,337 grm. Eisen entsprechen aber 0,481 grm. Eisenoxyd nach dem Ansatz

$$2 \times 28\ (2\ Fe) : 80\ (Fe_2\ O_3) = 0{,}337 : x \qquad x = 0{,}481$$

In dem 0,975 grm. wiegenden Niederschlag sind demnach 0,481 grm. Eisenoxyd enthalten.

Kalksteine, Mergel.

Feuchtigkeit.

Man pulvert das Gestein sorgfältig, mischt und trocknet etwa 2 grm. im Luftbad bei 110° C.

Glühverlust.

Das bei 110° C. getrocknete Pulver wird geglüht und gewogen.

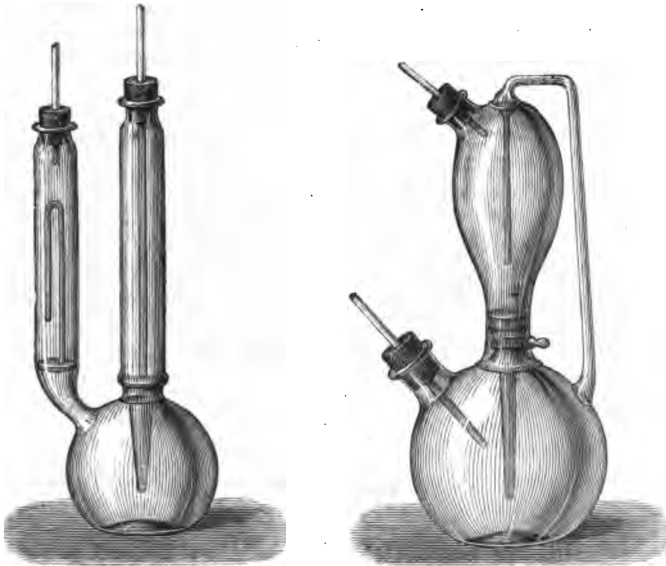
Kieselsäure, Thon und Sand.

2 grm. des Gesteinspulvers behandelt man im bedeckten Becherglas mit überschüssiger, verdünnter Salzsäure, verdampft in einer Porzellanschale zur Trockene, erwärmt einige Zeit im Luftbad, befeuchtet den Rückstand mit Salzsäure, erwärmt mit Wasser, filtrirt durch ein getrocknetes und gewogenes Filter, wäscht aus, trocknet bei 110° C. und wägt.

Kohlensäure.

Die Kohlensäure-Bestimmung geschieht mittelst des Will-Fresenius'schen, Kipp'schen oder Geisler'schen Apparates.

Fig. VI.



Eisenoxyd, Manganoxyd, Thonerde, Phosphorsäure.

Das Filtrat von Bestimmung der Kieselsäure versetzt man mit Chlorwasser, dann mit Ammoniak in geringem Ueberschuss, lässt einige Zeit in mässiger Wärme stehen, filtrirt, wäscht aus, glüht und wägt. Will man die einzelnen Bestandtheile des Ammoniakniederschlages bestimmen, so verfahre man mit ihm wie pag. 118 angegeben.

Kalk.

Zu dem ammoniakalischen Filtrat setzt man oxalsaures Ammoniak in geringem Ueberschuss, lässt einige Stunden stehen, filtrirt, wäscht aus, trocknet, glüht, zuletzt unter Zusatz von etwas kohlensaurem Ammoniak, wägt und berechnet aus dem so erhaltenen kohlensauren Kalk die Kalkmenge. (Multiplikator 0,56.)

Magnesia.

Man theilt das Filtrat vom oxalsauren Kalk in zwei gleiche Theile und fällt in dem einen die Magnesia durch phosphorsaures

Natron, lässt einige Zeit stehen, filtrirt, wäscht mit ammoniakalischem Wasser aus, trocknet, glüht, wägt und berechnet aus der so erhaltenen pyrophosphorsauren Magnesia ($2\ MgO.\ PO_5$) die Magnesia. (Multiplikator 0,36.) In dem andern Theil bestimmt man

die Alkalien.

War keine Magnesia vorhanden, so dampft man ihn zur Trockne ein, erhitzt, bis alle Ammoniaksalze entwichen sind, wägt die als fester Rückstand bleibenden Chloralkalien und trennt Kali und Natron mittelst Platinchlorid, wie pag. 119 angegeben.

War Magnesia vorhanden, so muss dieselbe, bevor man die Alkalien bestimmen kann, entfernt werden. Zu diesem Zweck verdampft man die Flüssigkeit zur Trockene, erhitzt bis zur vollständigen Verflüchtigung der Ammoniaksalze, löst den Rückstand in wenig Wasser, kocht und trägt in die kochende Lösung so lange Aetzbaryt, bis sie alkalisch reagirt, dann filtrirt man, versetzt das erwärmte Filtrat mit kohlensaurem Ammoniak, bis sämmtlicher Baryt als kohlensaures Salz ausgefällt ist, filtrirt, verdampft das Filtrat zur Trockne, verflüchtigt durch Erhitzen die Ammoniaksalze, wägt die Chloralkalien und trennt diese wie pag. 119 angegeben.

Gyps.

Feuchtigkeit und Glühverlust.

Wie beim Kalkstein angegeben.

Sand und Thon.

2 grm. des feingepulverten Gypses werden mit verdünnter Salzsäure erhitzt. Den unlöslichen Rückstand filtrirt man ab, wäscht aus, trocknet, glüht, wägt und bringt ihn als Sand und Thon in Rechnung.

Das salzsaure Filtrat theilt man in zwei Theile und bestimmt in dem einen

die Schwefelsäure,

wie pag. 118 angegeben.

In dem andern Theil Eisenoxyd, Thonerde, Kalk, Magnesia und Alkalien, wie beim Kalk angegeben.

Sollte die qualitative Analyse Kohlensäure nachgewiesen haben, so bestimmt man diese in einer neuen Probe des Pulvers in einem der genannten Kohlensäurebestimmungsapparate.

Stassfurther Salze, Chilisalpeter, Kochsalz.

Feuchtigkeit und Glühverlust.
Nach pag. 108.
Unlösliche Theile.
10—15 grm. löst man in Wasser auf, sammelt den ungelösten Rückstand auf einem Filter, wäscht aus, trocknet, glüht und wägt. Das Filtrat theilt man in mehrere Theile und bestimmt in diesen
das Chlor,
nach pag. 135.
Schwefelsäure,
nach pag. 118.
Salpetersäure,
nach pag. 128 ff.
Eisenoxyd und Thonerde,
nach pag. 118.
Kalk,
nach pag. 109.
Magnesia,
nach pag. 109.
Kali und Natron,
nach pag. 110.

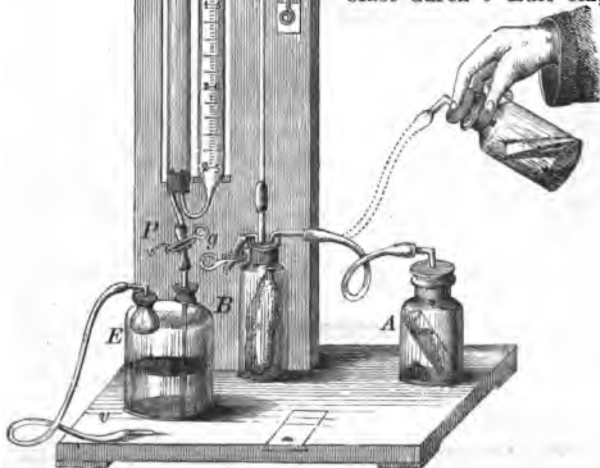
Knochenkohle

(für die Zuckerfabriken).

Feuchtigkeit.
2—3 grm. feinpulverisirter Knochenkohle trocknet man bei 162°—180° C. und bestimmt aus der Gewichtsabnahme den Gehalt an Feuchtigkeit.
Kohle, Sand, Thon.
5 grm. erwärmt man mit Salzsäure, bis sich nichts mehr löst, filtrirt durch ein bei 100° C. getrocknetes und gewogenes Filter,

wäscht aus, trocknet, wägt und erfährt die Summe der Kohle, Sand und Thon. Das getrocknete Filter glüht man und wägt. Sand und Thon erhält man so durch directe Wägung, die Menge der Kohle findet man aus der Differenz.

Fig. VII.



Kohlensaurer und freier Kalk.

Entweder bestimmt man den kohlensauren Kalk durch Ermittelung der Kohlensäuremenge mittelst eines der pag. 109 genannten Apparate oder mittelst des, in den meisten Zuckerfabriken gebräuchlichen, nachstehend abgebildeten Scheibler'schen Apparates. *)

Will man eine Bestimmung vornehmen, so füllt man zunächst die Flasche *E* beinahe voll mit Wasser, öffnet *P* und bläst durch *v* Luft ein, bis das

*) Der Verkauf der Scheibler'schen Apparate für die österreichischen Zuckerfabriken ist vom Erfinder Herrn Dr. Weiler in Prag übertragen worden. Der Preis für einen completen Apparat mit der Verpackung und Gebrauchsanweisung beträgt 20 Thlr. preuss. Cur.

Wasser in den Röhren *C* und *D* genau auf dem Nullpunkt steht. Während sich die Röhre *C* mit Wasser anfüllt, drückt die aus *C* entweichende Luft, welche nach *B* gelangt, die Kautschukblase zusammen. Sollte dies nicht ordentlich geschehen, so bläst man vorsichtig bei *g* Luft in die Flasche *B*, bis die Blase vollständig zusammengefallen ist. Sollte das Wasser wegen zu zeitigen Zusammenfallens der Blase in den Röhren sich nicht in's Gleichgewicht stellen, so öffnet man vorübergehend *g*.

Ist der Apparat so vorgerichtet, wägt man sich 3 grm. recht fein zerriebener Knochenkohle ab, bringt sie in das vollkommen trockene Zersetzungsglas *A*, füllt in den Guttaperchacylinder mittelst einer Messpipette 10 CC. Salzsäure von 1,12 spec. Gew., stellt den Cylinder vorsichtig in das Zersetzungsglas und dreht den mit Talg gut gefetteten Glasstopfen ein. Da hierdurch der Wasserstand in *C* etwas herabgedrückt und in *D* gehoben wird, so öffnet man einen Augenblick *g*, um das Gleichgewicht der Wassersäulen herzustellen. Man notirt jetzt Thermometer und Barometer, ergreift die Flasche mit der rechten Hand am Halse, lässt unter Umschwenken vorsichtig Salzsäure ausfliessen und öffnet gleichzeitig mit der linken Hand *P* in der Art, dass der Wasserstand in den Röhren genau gleiche Höhe hält; diese Operationen werden ununterbrochen so lange fortgesetzt, als noch Kohlensäureentwickelung und somit ein Sinken des Wassers in *C* bemerkbar ist.

Bleibt das Niveau während einiger Sekunden unverändert, ist der Versuch beendigt. Nun bringt man den Wasserstand in *C* und *D* genau auf gleiche Höhe und liest die *CC.*, welche die entwichene Kohlensäure bezeichnen, ab, addirt für die in den 10 CC. Salzsäure gelöst gebliebene Kohlensäure 0,8 CC. hiezu, reducirt auf 0^{0} C. 760^{mm} und trockenen Zustand (siehe Anhang) und bringt für 1000 CC. der auf diese Weise reducirten Kohlensäure 1,97146 grm. in Rechnung.

Enthält eine Knochenkohle Kalkhydrat, so befeuchtet man die abgewogene Probe in einer Porzellanschale mit 10 bis 20 Tropfen einer Auflösung von kohlensaurem Ammoniak, verdampft zur Trockene, erhitzt den Rückstand etwas stärker, aber nicht bis zum Glühen und bringt den Inhalt des Schälchens dann ohne Verlust in die Zersetzungsflasche.

Gyps.

25 grm. der feingepulverten, getrockneten Kohle werden mit einer Lösung von reinem, schwefelsäurefreien, kohlensauren Natron eine Viertelstunde lang gekocht, dann filtrirt, ausgewaschen, das Filtrat mit schwefelsäurefreier Salzsäure sauer gemacht, mit Chlorbarium gefällt, erwärmt; den schwefelsauren Baryt filtrirt man, wäscht aus, trocknet, glüht und wägt. Aus dem so erhaltenen

schwefelsauren Baryt berechnet man die Schwefelsäuremenge (Multiplikator 0,343) und aus der gefundenen Schwefelsäure die Menge des entsprechenden schwefelsauren Kalkes.

Bodenanalyse

nach dem unter den Agrikulturchemikern vereinbarten Entwurfe von E. Wolff. *)

I. Aufnahme und Vorbereitung des Bodens.

Bei der Aufnahme einer Bodenprobe muss alle erforderliche Vorsicht beobachtet werden, je nachdem man von einer grösseren Fläche des Feldes eine mittlere Probe sich verschaffen oder nur von einer einzigen Stelle, wo vielleicht besondere Erscheinungen in dem Wachsthum der Pflanzen sich darbieten, den Boden einer Untersuchung unterwerfen will, — je nachdem man die Ackerkrume oder den Untergrund bis zu einer grösseren oder geringeren Tiefe hinsichtlich der Bodenbeschaffenheit zu prüfen beabsichtigt.

Man lässt ein viereckiges Loch von etwa 30 Centimeter im Quadrat graben mit senkrechten Seitenrändern und möglichst horizontaler Bodenfläche und nimmt sodann von der einen Seitenwand einen senkrechten, überall gleich mächtigen Abstich als Bodenprobe. Es muss die Tiefe angegeben werden, bis zu welcher der senkrechte Abstich gemacht worden ist. Als Ackerkrume ist diejenige Schicht zu bezeichnen, welche der Pflug beherrscht.

Im Allgemeinen genügen zu einer vollständigen Untersuchung des Bodens 5 Kilo.

Es sind ferner möglichst sorgfältige Notizen zu sammeln über

1. den geognostischen Ursprung des Bodens;

2. die Beschaffenheit der tieferen Schichten, wenigstens bis zu einer Tiefe von 1 $^1/_2$—2 Meter;

3. die klimatischen Verhältnisse, nach allgemeiner Erfahrung, wenn nicht sorgfältige und langjährige Beobachtungen vorliegen, — namentlich die Seehöhe des Feldes;

4. die Art der Bestellung und Fruchtfolge in den vorhergehenden Jahren;

5. die Art und Menge der stattgehabten Düngung;

---

*) Landw. Versuchsst. Bd. VI. (1864) S. 141 ff. Bd. VII. S. 20.

6. die in den zunächst vorausgehenden Jahren wirklich erzielten Ernteerträge und wo möglich auch über die Durchschnittserträge des betreffenden Feldes bei dem Anbau der wichtigeren Culturpflanzen. Um die Resultate der Analyse mit den bisherigen Anschauungen der Praktiker hinsichtlich der Güte des betreffenden Bodens vergleichbar zu machen, möchte es zu empfehlen sein, dass man von dem letzteren mit Hilfe eines erfahrenen Landwirthes eine praktische Beurtheilung und Beschreibung sich verschaffe und auch diese mit den analytischen Resultaten mittheile.

Die Vorbereitung des Bodens zur Analyse geschieht in der Weise, dass man zunächst die etwa vorhandenen Steine und Steinchen durch Absieben einer erforderlich grösseren Masse des lufttrockenen (d. h. im Sommer an der Luft bei gewöhnlicher Temperatur, zur Zeit des Winters im Trockenschrank bei etwa 30—50° langsam getrockneten) Bodens von der feineren Erde trennt, die Steine mit Wasser abspült und nach dem Trockenen an der Luft das Gewicht derselben, wie auch ihre mineralogische Beschaffenheit und die ungefähre Grösse ermittelt (Faustgrösse und darüber, Eigrösse, Wallnussgrösse, Haselnussgrösse, Erbsengrösse). Zuletzt wird die lufttrockene und in einer Reibschale unter mässigem Druck zertheilte Erde durch ein Blechsieb mit 3 Millimeter weiten Löchern oder je nach der Beschaffenheit der betreffenden Probe noch kleineren Oeffnungen gegeben, die etwa zurückbleibenden Steinchen und Fasern mit Wasser abgespült, getrocknet, gewogen etc. und die auf solche Weise gewonnene Feinerde für alle weiteren Untersuchungen benutzt. Die Feinerde lässt man einige Tage an einem dunst- und staubfreien Orte bei mittlerer Temperatur in möglichst dünnen Schichten ausgebreitet liegen und bringt sie sodann in gut verschliessbare Gläser.

II. Schlämm-Analyse des Bodens.

Die Schlämm-Analyse liefert nur relativ richtige Resultate, weshalb die Agrikulturchemiker übereingekommen sind, bis auf weiteres sich des in Fig. VIII. abgebildeten Nöbel'schen Schlämmapparates zu bedienen. (Siehe umstehende Figur VIII.)

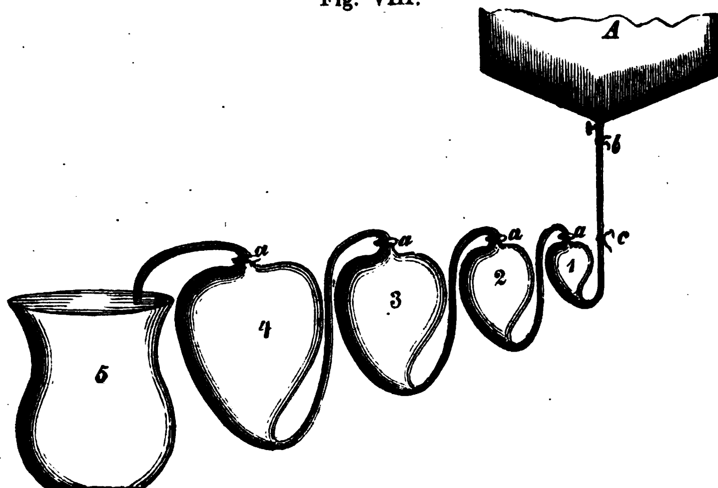
Der Wasserbehälter *A* hat reichlich 9 Liter Inhalt, und es werden zu Anfang der Operation 9 Liter Wasser auf einmal eingefüllt. Der Hahn ist luftdicht mit einem Gummirohr verbunden; dasselbe wird dadurch, dass man ein wenig Wasser bei *c* ausfliessen lässt, mit Wasser angefüllt.

Die Druckhöhe *b c* beträgt 2 Fuss.

Die 4 Schlämmtrichter sind von Glas und fassen mit einander 4 Liter Wasser; die Volumen derselben verhalten sich annähernd wie 1 : 8 : 27 : 64 oder $= 1^3 : 2^3 : 3^3 : 4^3$.

Nr. 5 ist ein Glasgefäss von reichlich 5 Liter Inhalt.

Fig. VIII.



Von der zu schlämmenden Erde werden jedesmal 30 grm. abgewogen, diese zunächst eine oder einige Stunden lang, wenn nöthig unter gelindem Zerreiben, mit Wasser gut ausgekocht, damit alle Ballen und Knoten darin vollständig sich zertheilen. Man lässt einige Minuten ruhig stehen, giesst die über dem Bodensatz befindliche trübe Flüssigkeit grossentheils in den Schlämmtrichter Nr. 2, rührt den Rückstand auf und spült denselben mit möglichst wenig Wasser in den kleinsten Schlämmtrichter Nr. 1. Es wird nun Nr. 1 bei *c* luftdicht mit dem Gummirohr verbunden und der ganze Apparat rasch zusammengefügt, sodann der Hahn des Wasserhälters so weit geöffnet, dass in 20 Minuten, wie durch vorausgehende Versuche ermittelt werden muss, genau 9 Liter ausfliessen, ohne dass es nöthig wäre in *A* Wasser nachzugiessen und den Hahn weiter auf- oder zuzudrehen.

Die ganze Operation dauert also 20 Minuten; nach dieser Zeit wird der Hahn des Wasserbehälters geschlossen, und es enthalten jetzt die 4 Schlämmtrichter zusammen 4 Liter Wasser, während in das Glas Nr. 5 aus dem Apparate 5 Liter der trüben

Flüssigkeit abgeflossen sind. Man lässt die Erden in den Trichtern und in Glassgefässen einige Stunden lang sich möglichst klar absetzen *) und spült dann — was sehr leicht durch Einblasen von Luft bei *a* bewirkt wird — den Absatz auf gewogene Filter; nach dem Trocknen bei 120° C. erfolgt die Wägung. Es ist zu empfehlen, auch den Glühverlust der einzelnen bei 125° getrockneten Erdmengen zu ermitteln.

Die einzelnen Erdtheilchen können nach den Nummern der Schlämmtrichter oder auch durch folgende Benennungen unterschieden werden.

Inhalt von Nr. 1: kleine Gebirgstrümmer, Steinchen u. dgl.
„ „ „ 2: grober Sand.
„ „ „ 3: feiner Sand
„ „ „ 4: thoniger Sand.
„ „ „ 5: feinste (thonige Substanz).

III. Chemische Analyse des Bodens.

A. Darstellung und Untersuchung der Lösungen.

1. Lösung mittelst kalter concentrirter Salzsäure.

Von dem bei 100° getrockneten Boden werden 450 grm. in einer mit Glasstöpsel versehenen Flasche mit 1500 CC. concentrirter Salzsäure (Spec. Gew. 1,15, entsprechend 30% H Cl) unter den nöthigen Vorsichtsmassregeln übergossen. (Für je 5% kohlensaurer Kalk, welche der zu untersuchende Boden enthält, werden 50 CC. Salzsäure weiter genommen und alsdann das grössere Volumen bei dem Abmessen der betreffenden Lösung berücksichtigt). Man lässt die Erde mit der Salzsäure unter häufigem Umschütteln 48 Stunden lang in Berührung und giesst sodann von der Flüssigkeit 1000 CC. möglichst klar ab, welche also einer aus 300 grm. Boden dargestellten Lösung entsprechen. Nach dem Verdünnen mit etwas Wasser wird filtrirt, das Filtrat zuletzt unter Zusatz von

*) Zur Klärung von Bodenschlämmungsflüssigkeiten empfiehlt A. Müller die Flüssigkeit in einer mit eingeschliffenem Deckel versehenen Glasbüchse mit so viel Seifenlösung (aus Lichtstearin, Ammoniak und verdünntem Weingeist bereitet) zu versetzen, dass sie beim Schütteln stark schäumt, darauf Essigsäure bis zum Eintritt einer deutlich sauren Reaktion hinzuzufügen und abermals tüchtig durchzuschütteln. Die sich abscheidende Fettsäure hält die feinen Schlammtheilchen in losen, leicht abfiltrirbaren Flocken ein, und wird später durch Lösungsmittel oder Glühen entfernt.

einigen Tropfen Salpetersäure zur Trockene eingedampft und nach Abscheidung der Kieselsäure die Lösung wieder mit Wasser bis auf genau 1000 CC. verdünnt.

Von dieser Flüssigkeit werden

a. 200 CC (entsprechend 60 grm. Boden) zur Bestimmung von **Eisenoxyd, Thonerde, Kalk, Magnesia** und **Manganoxyd** benutzt.

Man verdünnt stark und fällt in einer Kochflasche mit Natronlauge und Ammoniak vollständig, säuert darauf den Niederschlag mit Essigsäure schwach an und kocht. Man erhält alsdann die ganze Menge des Eisenoxyds, der Thonerde und Phosphorsäure, frei von allen sonstigen Basen. Sie wird geglüht und gewogen. Dann in concentrirter Salzsäure gelöst, mit Wasser verdünnt und mit schwefligsaurem Natron in der Siedhitze reducirt, lässt sich der Eisengehalt des Niederschlages durch eine titrirte Lösung von übermangansaurem Kali scharf bestimmen. Siehe pag. 107.

Thonerde und Phosphorsäure berechnet sich alsdann als Differenz.

Die von dem Niederschlag abfiltrirte essigsaure Lösung wird siedend mit oxalsaurem Ammoniak versetzt, der Niederschlag von oxalsaurem Kalk abfiltrirt, ausgewaschen, getrocknet, geglüht und aus der abgewogenen Menge kohlensauren Kalkes der Kalkgehalt berechnet.

Die von dem oxalsauren Kalk abfiltrirte Lösung wird zur Trockniss verdampft und die in ihm enthaltenen Ammoniaksalze durch schwaches Glühen entfernt. Man löst dann wieder in Salzsäure, neutralisirt mit Ammoniak und fällt in einer verschlossenen Flasche das Mangan durch Schwefelammonium. Nach 24stündigem Stehen wird das Schwefelmangan abfiltrirt und nach Behandlung mit Salpetersäure als Manganoxyd gewogen.

In dem Filtrat von Schwefelmangan fällt man die Magnesia durch phosphorsaures Natron, wäscht mit ammoniakalischem Wasser aus, trocknet, glüht und wägt die pyrophosphorsaure Magnesia (PO_5 2 MgO), aus der man durch Multiplikation mit dem Faktor 0,36 die Magnesiamenge berechnet.

b. 400 CC. (entsprechend 120 grm. Boden) dienen zur Bestimmung der **Schwefelsäure** und der **Alkalien.**

Man versetzt die Flüssigkeit mit Chlorbarium, erhitzt bis zum Sieden, filtrirt, wäscht aus, trocknet, glüht, wägt und berechnet aus dem erhaltenen schwefelsauren Baryt die Schwefelsäuremenge (Multiplikator 0,343).

Im Filtrat bestimmt man die Alkalien, indem man sie zunächst von den übrigen Basen trennt. Dies kann auf verschiedene Weise geschehen und zwar:

α. man dampft das Filtrat im Wasserbade bis zur Trockene ab, versetzt mit Barytwasser bis zur alkalischen Reaktion und digerirt. Nach der Abscheidung des Niederschlags entfernt man aus dem Filtrate den Kalk und den überschüssigen Baryt durch Eindampfen desselben mit wenig kohlensaurem und oxalsaurem Ammoniak, das Filtrat hiervon enthält Ammoniaksalze, Chlorkalium und Chlornatrium. Von ersterem befreit man es durch Eindampfen und schwaches Glühen. Die Reinheit der Chloride wird vor dem Wägen sorgsam geprüft.

β. da im Aetzbaryt, selbst nach häufigem Umkrystallisiren, immer noch Spuren von Alkalien gefunden werden, wendet man anstatt des Barytwassers besser reine Kalkmilch an. Ein grösseres Quantum Aetzkalk (aus möglichst reinem Marmor dargestellt) wird in einer geräumigen Flasche mit Wasser gelöscht und mehrere Male durch Decantation gewaschen. Die geringen Spuren von Alkalien, welche im Marmor enthalten sind, werden auf diese Weise leicht entfernt. Die Flasche wird immer wieder mit ausgekochtem Wasser gefüllt und kann jahrelang benutzt werden, was den Vortheil hat, dass das Kalkwasser immer reiner wird.

γ. man fällt das Filtrat zunächst mit Ammoniak, später mit kohlensaurem und reinem oxalsauren Ammoniak. Um die Magnesia von den Alkalien zu trennen, behandelt man den geglühten Rückstand des Filtrates vom oxalsauren Kalk mit so viel reiner Oxalsäure als nothwendig ist, um mit der Summe der Basen, wenn man sie als Kali betrachtet, vierfach oxalsaures Salz zu bilden, fügt etwas Wasser hinzu, verdampft in einer Platinschale zur Trockene und glüht. Durch diese Operation wird das Chlormagnesium vollständig, die Chloralkalimetalle werden theilweise zunächst in oxalsaure Salze verwandelt, welche beim Glühen kohlensaure Alkalien und Magnesia liefern. Durch siedendes Wasser trennt man schliesslich die Salze der Alkalien von der Magnesia. Ist die erhaltene Lösung etwas trübe, so verdampft man sie zur Trockne, nimmt den Rückstand mit Wasser auf und filtrirt den dann noch bleibenden kleinen Rest der Magnesia ab, schliesslich setzt man zum Filtrat Salzsäure und bestimmt die Alkalien als Chlormetalle.

Hat man auf eine der angegebenen Methoden die Alkalien als Chloralkalien erhalten und gewogen, löst man sie in möglichst wenig Wasser, fügt eine concentrirte, möglichst neutrale Lösung von Platinchlorid im Ueberschuss zu, verdampft im Wasserbad bis fast zur Trockene, übergiesst den Rückstand mit 80procentigem Weingeist, lässt eine Zeit lang stehen, bringt das ungelöst bleibende Kaliumplatinchlorid ($K\,Cl$, $Pt\,Cl_2$) mit Hilfe einer mit Weingeist gefüllten Spritzflasche auf ein gewogenes Filter, wäscht mit Weingeist aus, trocknet bei 100° C. und wägt. Aus der Kaliumplatin-

chloridmenge berechnet man das Kali resp. Chlorkalium (Faktor 0,193 resp. 0,305), zieht die Chlorkaliummenge von der Gesammtmenge der Chloralkalien ab, der Rest gibt die Chlornatriummenge, aus welcher man durch Multiplikation mit dem Faktor 0,53 das Natron findet.

Anmerkung: Will man die Natron- und Kalimenge indirekt bestimmen, so eruirt man zunächst den gesammten Chlorgehalt der als Chloralkalien gewogenen Kali- und Natronmengen, multiplicirt den Chorgehalt des Gemenges mit 2,1029, zieht von dem Produkte ab die Summe der Chlormetalle und multiplicirt den Rest mit 3,6288, so findet man das im Salzgemenge enthaltene Chlornatrium.

c. in weiteren 400 CC. der Lösung wird die **Phosphorsäure** bestimmt.

Da die Bestimmung der Phosphorsäure in Ackererden wegen der grossen Mengen vorhandenen Eisenoxyds und Thonerde mancherlei Schwierigkeiten bietet, anderer Seits aber gerade die genaue Phosphorsäurebestimmung im Boden grosse Wichtigkeit hat, so ist zu empfehlen, dieselbe doppelt nach zwei von den nachstehend beschriebenen Methoden vorzunehmen.

α. Man fällt den Säureextrakt mit Ammoniak, filtrirt, wäscht den Niederschlag aus, löst ihn dann in Salpetersäure und fügt zu dieser salpetersauren Lösung so viel molybdänsaures Ammoniak (1 Th. Molybdänsäure in 8 Th. Ammoniak gelöst und mit 20 Th. Salpetersäure versetzt) hinzu, dass die Menge der Molybdänsäure ungefähr das 40fache von der vorhandenen Phosphorsäure beträgt. Die Flüssigkeit mit dem entstandenen gelben Niederschlage wird 24 Stunden lang auf dem Wasserbad digerirt und der Niederschlag dann mit derselben Lösung, durch welche die Fällung bewirkt ist, ausgewaschen. Den Niederschlag löst man hierauf auf dem Filter in Ammon und fällt aus dieser Lösung die Phosphorsäure durch Magnesiamixtur (eine freies Ammoniak enthaltende Mischung eines gelösten Magnesiasalzes mit Ammoniaksalz). Den Niederschlag von phosphorsaurer Ammoniak-Magnesia wäscht man mit ammoniakalischen Wasser aus, trocknet, glüht und wägt die pyrophosphorsaure Magnesia, aus welcher man durch Multiplikation mit 0,6396 die Phosphorsäuremenge berechnet.

β. Man fällt den Säureextrakt mit Natronlauge und Ammoniak, säuert mit Essigsäure schwach an, kocht und filtrirt. Den das Eisenoxyd, die Phosphorsäure und die Thonerde enthaltenden Niederschlag trocknet man so weit, dass er fein pulverisirt und in einem grossen Platintiegel gemengt werden kann mit 21 grm. kohlensaurem Natronkali, 4 $^1/_2$ grm. amorphe Kieselsäure und $^3/_{10}$ grm. Salpeter. Unter einer guten Berzelius'schen Lampe bringt man den Inhalt des Tiegels zum Schmelzen und erhält ihn darin $^1/_2$

Stunde lang. Der geschmolzene Kuchen wird in Wasser vollständig aufgeweicht und dann in ziemlich concentrirter Lösung lange digerirt mit einer Lösung von Salmiak und kohlensaurem Ammoniak. Dadurch wird alle Thonerde unlöslich und im Filtrate findet sich ausser phosphorsaurem und kohlensaurem Alkali nur noch etwas Kieselsäure. Der Niederschlag, den man durch Magnesialösung im Filtrat erhält, ist phosphorsaure Magnesia-Ammoniak, mit der man, wie bei *α.* angegeben, verfährt; jedoch ist er stets kieselerdehaltig, wesshalb letztere im Glührückstande bestimmt und im Abzug gebracht werden muss.

γ. Man verdünnt den Säureextrakt etwas und erhitzt ihn in einer Kochflasche zum Sieden, während dem durch kleine hineingeworfene Stückchen schwefligsaures Natron eine vollständige Reduktion des Eisenoxyds bewirkt, und die Flüssigkeit mit schwefliger Säure gesättigt wird. Noch heiss wird darauf die freie Säure mit Natronlauge abgestumpft und Ammoniak bis zur vollständigen Ausscheidung des Eisenoxyduls und der Thonerde zugefügt.

Unmittelbar darauf gibt man Essigsäure im Ueberschusse hinzu, und zwar so lange, bis dass augenscheinlich ungefähr $^4/_5$ des ganzen Niederschlags wieder in Lösung gelangt ist. Dann filtrirt man rasch nach einmaligem Aufkochen der Flüssigkeit durch ein grosses Filter bei bedecktem Trichter und wäscht den Filterinhalt schliesslich nur wenig aus. Er enthält alle Phosphorsäure in Verbindung mit etwas Thonerde und sehr wenig Eisenoxyd. Beinahe die ganze Eisenmenge und der grösste Theil der Thonerde gelangen durch diese Procedur in's Filtrat und können daher nicht mehr störend auf die weitere Bestimmung der Phosphorsäure einwirken. Jetzt giesst man das Filter voll kochendes Wasser und setzt ihm eine kleine Menge Salpetersäure hinzu. Der Inhalt löst sich darnach leicht und filtrirt in ein untergestelltes Becherglas. Die Fällung der Phosphorsäure geschieht nun durch molybdänsaures Ammoniak, wie bei *α.* angegeben.

δ. Man neutralisirt den Säureextrakt mit Ammoniak fast bis zur schwachsauren Reaktion, versetzt hierauf die klare Flüssigkeit mit ameisensaurem Ammoniak bis zur rothen Farbe und erhitzt zum Kochen. Es fällt ein Theil des Eisenoxyds mit sämmtlicher Phosphorsäure. Der Niederschlag wird filtrirt und nach dem Auswaschen mit Wasser und ameisensaurem Ammoniak in Salzsäure gelöst. Man verdünnt mit Wasser, setzt Weinsäure hinzu, übersättigt mit Ammoniak und fällt durch zugesetzte Magnesiamixtur die Phosphorsäure als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia, mit welcher man, wie bei *α.* angegeben, verfährt.

Anmerkung. Bei sehr humusreichen Bodenarten verfährt man nach Fresenius besser so:

1. 300 CC. der salzsauren Lösung dienen zur Bestimmung der Schwefelsäure und Alkalien, wie in *b* angegeben.

2. 500 CC werden in einer Platinschale fast zur Trockene gebracht, dann mit reiner Kalilauge bis zum starken Vorwalten versetzt. Man bringt das ganze unter Zusatz von etwas kohlensaurem Natron und Salpeter zur Trockene, glüht bis zur Zerstörung der organischen Substanzen, weicht mit Wasser auf, giesst die Lösung in einen Kolben ab, erwärmt das in Wasser Unlösliche mit Salzsäure bis zur Lösung, vereinigt schliesslich die Wasserlösung mit der salzsauren Lösung, bringt dieselbe auf 500 CC. und bestimmt nun in 200 CC die in *a* genannten Bestandtheile, in 300 CC. aber die Phosphorsäure nach den in *c* angegebenen Methoden.

2. Lösung mittelst heisser concentrirter Salzsäure.

Da durch kochende Salzsäure durchschnittlich eine fünf- bis sechsmal grössere Menge von Alkalien und auch weit mehr Eisenoxyd und Thonerde gelöst wird, als durch die kalte Salzsäure, so genügen zur Darstellung dieser Lösung im Allgemeinen 150 grm. des lufttrockenen Bodens. Diese werden in einem geräumigen Glaskolben mit 300 CC. concentrirter Salzsäure übergossen, die Flüssigkeit bis zum Kochen erhitzt und eine Stunde lang in mässiger Kochhitze gehalten, hierauf mit etwa einem gleichen Volumen heissen Wassers verdünnt und auf das Filter gegossen. Der Rückstand wird im Kolben dreimal mit Wasser ausgekocht, dann auf das Filter gebracht und hier noch weiter mit heissem Wasser vollständig ausgewaschen. Die Verwendung der nach Abscheidung der Kieselsäure bis auf 1000 CC. verdünnten Lösung zur Bestimmung der verschiedenen Stoffe geschieht auf gleiche Weise, wie bei der durch kalte Salzsäure bewirkten Lösung angegeben. Um jedoch für die Phosphorsäure-Bestimmung eine grössere Menge von Material zu gewinnen, kann man den in *bγ* erhaltenen Ammoniak-Niederschlag nach erfolgter Auflösung der Flüssigkeit *c* zusetzen.

3. Behandlung des Bodens mit schwach wirkenden Lösungsmitteln.

a. Mit reinem Wasser. Um die Gesammtmenge der in Wasser auflöslichen unorganischen und organischen Substanz des Bodens zu ermitteln, übergiesst man 500 grm. des lufttrockenen Bodens in einer Flasche mit 1500 CC Wasser (minus derjenigen Menge von Wasser, welche in dem lufttrockenen Boden schon vorhanden ist und bei 125° C. verflüchtigt wird), schüttelt häufig und

filtrirt nach 72 Stunden 750 CC. Flüssigkeit klar ab; das Filtrat wird in einer Platinschale, zuletzt im Wasserbade, eingedampft, der Rückstand bei 125° C. getrocknet, sodann gewogen, geglüht und nach der Behandlung mit kohlensaurem Ammoniak und schwachem Glühen wiederum gewogen.

b. Mit kohlensäurehaltigem Wasser. 2500 grm. des lufttrockenen Bodens werden unter Berücksichtigung von dessen Wassergehalt mit 8000 CC. reinem Wasser und ausserdem mit 2000 CC. Wasser übergossen, welches vorher bei gewöhnlicher Temperatur mit Kohlensäure gesättigt worden ist. Man lässt in der verschlossenen Flasche unter häufigem Umschütteln 7 Tage lang stehen, giesst dann $^3/_4$ der Flüssigkeit, also 7500 CC. von dem Bodensatz ab und filtrirt, wenn nöthig, mehrmals und durch doppelte Filter. Das klare Filtrat wird unter Zusatz von etwas Salzsäure, zuletzt auch einiger Tropfen Salpetersäure zur Trockene eingedampft. Nach Abscheidung der Kieselsäure bestimmt man in der Flüssigkeit, ohne eine Theilung derselben vorzunehmen, die etwa vorhandenen Spuren von Eisenoxyd nebst Thonerde, ferner den Kalk, die Schwefelsäure, die Magnesia, das Kali und Natron. Die Phosphorsäure ist in diesem wässerigen Auszuge stets in so überaus kleiner Menge zugegen, dass eine genaue quantitative Bestimmung derselben kaum möglich sein möchte.

4. Untersuchung des Rückstandes von der Behandlung des Bodens mit heisser concentrirter Salzsäure.

Der ausgewaschene Rückstand wird mit dem Filter getrocknet, sodann von dem Filter abgenommen, das letztere verbrannt und die Asche mit der trockenen Masse des ganzen Rückstandes vereinigt und gewogen.

a. Eine Portion von etwa 8 grm. wird geglüht und dient zur Ermittelung der in concentrirter heisser Salzsäure unlöslichen Mineralmasse des Bodens.

b. 10 grm. des getrockneten, nicht geglühten Rückstandes werden mit einer concentrirten Lösung von kohlensaurem Natron unter Zusatz von etwas Aeznatron mehrmals ausgekocht und die Menge der auf diese Weise gelösten Kieselsäure bestimmt.

c. 15 grm. des Rückstandes werden mit dem fünffachen Gewichte concentrirter reiner Schwefelsäure übergossen und damit erwärmt, bis die überschüssige Säure beinahe verdampft ist und die Masse die Form eines trockenen Pulvers angenommen hat. Nach dem Anfeuchten mit concentrirter Salzsäure wird wiederholt mit Wasser ausgekocht, filtrirt und das Filtrat nach den oben angege-

benen Methoden auf gelöste Kieselsäure, Thonerde (Eisenoxyd), Kalkerde, Magnesia und Alkalien untersucht.

d. Der von der Behandlung mit concentrirter Schwefelsäure erhaltene erdige Rückstand wird getrocknet (nicht geglüht), mit einer concentrirten Lösung von kohlensaurem Natron unter Zusatz von etwas Aetznatron ausgekocht, heiss filtrirt und aus der Lösung die Kieselsäure ausgeschieden, der gut ausgewaschene Rückstand nach dem Trocknen gewogen und als in concentrirter Salzsäure und Schwefelsäure Unlösliches in Rechnung gebracht.

Die hier gefundene Kieselsäure nebst der im salzsauren Auszuge gelösten kleinen Menge gibt in Verbindung mit der im salzsauren und schwefelsauren Auszuge enthaltenen Thonerde annähernd die Menge des reinen wasserfreien Thones im Boden.

e. 4—5 grm. des Rückstandes von der Behandlung mit Schwefelsäure und mit kohlensaurem Natron werden im Achatmörser auf's Feinste zerrieben und mit Wasser nach und nach vollständig abgeschlämmt, die geschlämmte Masse getrocknet, schwach geglüht und davon etwa 3 grm. in einer Platinschale flach ausgebreitet, mit concentrirter reiner Schwefelsäure angefeuchtet und im Bleikasten bei einer Temperatur von etwa 60° C. der Einwirkung von flusssauren Dämpfen so lange ausgesetzt, bis eine vollständige Aufschliessung der Masse erfolgt ist. In der Lösung werden die sämmtlichen basischen Stoffe ihrer Menge nach bestimmt.

B. Bestimmung einzelner Bestandtheile des Bodens.

1. Hygroskopische Feuchtigkeit. Ungefähr 20 grm. der gut gemischten und in verschlossenen Flaschen aufbewahrten Erde wird in einem flachen Zinkkästchen ausgebreitet und mehrere Tage hindurch die Gewichtsveränderungen beobachtet, die bei mittlerer Zimmertemperatur (welche aber stets anzugeben ist) an einem vor Luftströmungen geschützten Orte stattfinden, bis die Schwankungen so unbedeutend werden, dass man mit hinreichender Sicherheit aus den letzten Wägungen das Mittel ziehen kann. Sodann wird die Erde im Luftbade bei 125° C. getrocknet.

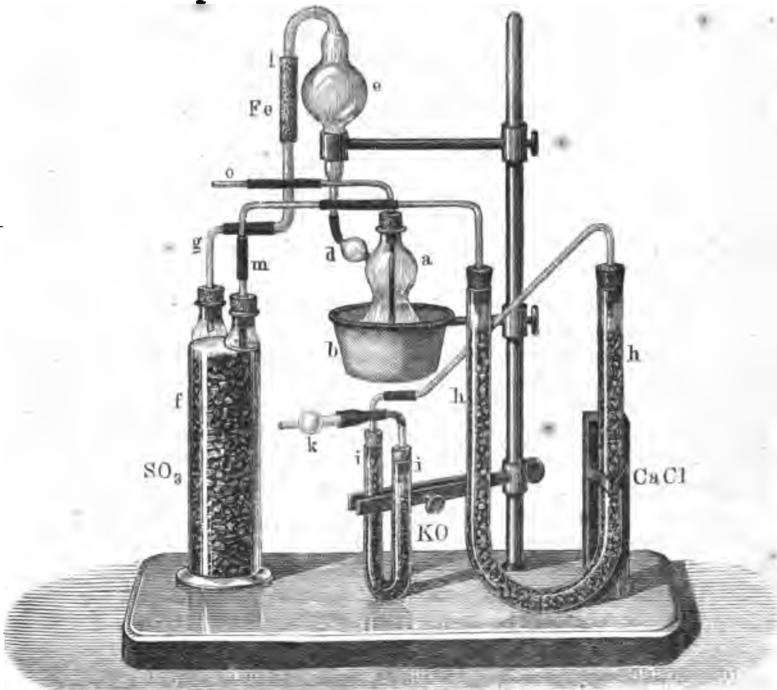
Die analytischen Resultate sind sowohl auf den völlig lufttrockenen als auf den bei 125° C. getrockneten Boden zu berechnen.

2. Gesammt-Glühverlust. Die bei 125° C. getrocknete Bodenprobe wird geglüht und nach demselben mehrmals bei schwächerem Erhitzen mit kohlensaurem Ammoniak behandelt.

3. Kohlenstoff. Da der Glühverlust nicht allein die im Boden enthaltene organische Substanz, sondern immer auch eine grössere oder geringere Menge von chemisch oder überhaupt fest

gebundenem Wasser, welches bei 125° und selbst bei 150° C. nicht vollständig aus dem Boden entfernt werden kann, enthält, so muss, um die Menge der wirklich vorhandenen organischen, humusartigen Substanz zu ermitteln, eine direkte Bestimmung des in organischer Verbindung befindlichen Kohlenstoffs vorgenommen werden. Zu diesem Zweck behandelt man den Boden mit einer Mischung von saurem chromsaurem Kali*) und Schwefelsäure (auf 1 grm. organische Substanz, deren Menge sich aus dem Glühverlust annähernd beurtheilen lässt, nehme man 17 grm. Chromsäure, 25 CC. concentrirte Schwefelsäure und etwa 14 CC. Wasser) und berechnet aus der gefundenen Kohlensäure resp. Kohlenstoffgehalt die Menge der Humussubstanz. Wenn man im Humus durchschnittlich 58% Kohlenstoff annehmen kann, so braucht man den Kohlenstoff nur

Fig. IX.



*) Noch besser ist reine Chromsäure, weil man dadurch die in mehrfacher Beziehung unangenehme Bildung von wasserfreiem schwefelsaurem Chromoxydkali umgeht.

mit 1,724 oder die gefundene Kohlensäure mit 0,471 zu multipliciren, um auf diese Weise den Gehalt des Bodens an wasserfreiem Humus zu finden. Den zur Kohlenstoffoxydation dienenden Apparat zeigt vorstehende Abbildung.

Die Differenz im Gewichte des so berechneten Humus (plus dem direkt bestimmten Gesammt-Stickstoff im Boden) und des Glühverlustes des bei 125° C. getrockneten Bodens ist als chemisch gebundenes Wasser oder überhaupt als fester gebundenes, bei 125° C. nicht zu verflüchtigendes Wasser zu bezeichnen.

4. In Wasser und in Alkalien löslicher Humus. Man kocht 10 grm. Erde mit 200 CC. einer, je nach dem Humusgehalte der Erde $^1/_{10}$- bis 1procentigen Kalilösung, giesst das Gemisch auf ein unbenetztes Filter (statt des Papiers dient ausgeglühter feinkörniger Sand, womit die Spitze des Trichters angefüllt ist) und oxydirt in 5—10 CC. des Filtrates die Humusstoffe durch im gehörigen Ueberschusse angewandtes übermangansaures Kali zu Kohlensäure und Wasser. Die Menge Sauerstoff, welche die vorhandene oxydirbare Substanz in Beschlag genommen hatte, ergibt sich aus dem Quantum einer titrirten Oxalsäurelösung, welches man zu der mit Schwefelsäure angesäuerten Flüssigkeit hinzusetzen muss, um eine klare Flüssigkeit zu erhalten.



$$5\,C_2O_3 + 3\,SO + KO, Mn_2O_7 = 10\,CO_2 + 2\,MnO, SO_3 + KO, SO_3.$$

Absolut genau ist diese Bestimmung nicht, da auch salpetrigsaure Salze Uebermangansäure reduciren, und da ferner die organischen Materien je nach ihrer Natur verschiedene Mengen Uebermangansäure zersetzen.

5. Die Menge der im Boden fertig gebildet enthaltenen Kohlensäure wird im Kipp'schen, Geisler'schen oder Fresenius'schen Apparat bestimmt.

6. Die Gesammtmenge des Stickstoffs wird durch Verbrennen des Bodens mit Natronkalk bestimmt. Siehe pag. 63 ff.

7. Da oftmals eine verhältnissmässig beträchtliche Menge von Schwefel entweder in organischer Verbindung oder als Schwefelmetall im Boden enthalten zu sein scheint, so bestimmt man die Gesammtmenge des Schwefels, indem man etwa 50 grm. des frischen lufttrocknen Bodens in einem Platinschälchen mit einer concentrirten Lösung von reinem Kalisalpeter anfeuchtet, eintrocknet und allmälig bis zum Glühen erhitzt. Es findet hiebei unter gelindem Verglimmen eine vollständige Verbrennung der organischen Stoffe statt. Nach dem Erkalten wird die Masse mit verdünnter Salzsäure unter Zusatz von etwas Salpetersäure ausgekocht, in der

Lösung zuerst die Kieselsäure abgeschieden und dann die Schwefelsäure bestimmt.

8. Ammoniak.

a. Nach der Methode von Knop und Wolf im Azotometer.

Man gebraucht, um diese Methode auszuführen, zunächst ein Standgefäss von Krystallglas von etwa 500 CC. Inhalt, 15 Centimeter Höhe und 8 Centimeter Durchmesser im Lichten. Die Mündung lässt man abschleifen. Auf diese passt eine fingerdicke, auf beiden Seiten und auf dem Mantel abgedrehte und abgeschliffene Scheibe von Blei. Sie hat zwei Durchbohrungen, entsprechend den beiden Oeffnungen der zwei Mal tubulirten Kautschukkappe, mit welcher die Flasche zugebunden werden soll. In dieses Gefäss bringt man eine Menge lufttrockener. Feinerde, welche 200 grm. bei 125° C. getrockneter Erde entspricht, mischt 250 CC. einer gesättigten klaren Boraxlösung, die man auf einen etwaigen kleinen Gehalt an Ammoniak geprüft hat, zur Verhinderung der Contraktion der Bodentheilchen hinzu, legt den Bleideckel auf, stülpt die Kautschukkappe über, nachdem man in ihre beiden Tubulaturen 6 Zoll lange Glasröhren gesteckt hat, welche am oberen Ende fein ausgezogen, aber noch an beiden Seiten offen sind, sorgt durch geeignetes Umbinden für guten Schluss der Röhrchen in der Kautschukkappe und der Kautschukkappe selbst, stellt das Gefäss 20 Minuten lang bis über die Kautschukkappe untergetaucht in ein grösseres Wassergefäss, dessen Wasser die Temperatur der Luft im Arbeitsraum hat, schmilzt die Spitzen der ausgezogenen Röhrchen zu, ohne das Gefäss zu erwärmen, und schüttelt immergleich lang (5 Minuten). Man bricht dann die Spitze eines Glasröhrchens ab, wobei in der Regel etwas Luft eindringt, weil die Boraxlösung in der Erde verdichtete Gase, insbesondere Kohlensäure, absorbirt hat. Nach dem Abbinden der Kautschukkappe setzt man ein Glas in die Flasche, welches 50 CC. einer alkalischen bromirten Javelle'schen Lauge enthält, die 0,2 grm. Chlorammonium vollständig zu zersetzen vermag.

Man bindet die Kautschukkappe wieder fest, taucht den Apparat 15 Minuten lang unter das Wasser von bekannter Temperatur, schmilzt die Spitze des Röhrchens wieder zu, ohne das Gefäss zu erwärmen, schüttelt 5 Minuten lang (wobei die Lauge ausfliesst und bei Anwesenheit von Ammonsalzen, also bei Entbindung von Stickgas, die Kautschukkappe sich wölbt), versenkt den Apparat wieder 15 Minuten lang in das Wassergefäss, verbindet ihn dann mit dem Schlauche des richtig vorbereiteten Azotometers bricht, die Spitze des Röhrchens im Kautschukschlauch ab und bestimmt, nachdem

man sich überzeugt hat, dass die Kautschukkappe wieder fest an dem Bleiring anliegt, und dass die Temperatur der Luft sich gleich geblieben, das Volumen des Stickgases. Nachdem man es auf 0° C. 760mm Druck und trockenen Zustand berechnet hat (Siehe Anhang), bringt man für 1000 CC. 1,25456 grm. in Rechnung. 1 Milligrm. Stickstoff entspricht 1,21428 Milligrm. Ammoniak.

Darstellung der bromirten Lauge. 1 Th. kohlensaures Natron löst man in 15 Theilen Wasser, kühlt die Flüssigkeit durch Eis ab, sättigt die stets kalt zu erhaltende völlig mit Chlor und fügt starke (25 procentige) Natronlauge zu, bis die Mischung beim Reiben zwischen den Fingern die Haut sogleich schlüpfrig macht. Vor dem Gebrauche bromirt man die zu einer Versuchsweise bestimmte Menge, indem man zu 1 Liter 2—3 grm. Brom bringt und umschüttelt.

b. Durch Destillation des Bodens mit gebrannter Magnesia. Man übergiesst 200 grm. des lufttrockenen Bodens mit 1000 CC. Wasser, worin 10 grm. gebrannter Magnesia aufgeschlämmt sind, und destillirt davon bei gleichmässiger Kochhitze in 2 Stunden 300 CC. Flüssigkeit ab. Im Destillat bestimmt man das Ammoniak nach einer von den auf pag. 63 ff. beschriebenen Methoden.

c. Nach Schlössing's Methode. Man breitet etwa 100 grm. des Bodens auf ein grosses Uhrglas flach aus, feuchtet mit 75 CC. kalter, aber völlig concentrirter Natronlauge an, stellt dann schnell einen gläsernen Dreifuss mit einem Schälchen, worin ein gemessenes Volumen von titrirter Schwefelsäure oder Oxalsäure enthalten ist, hinein und bringt das Ganze unter eine mit Quecksilber gesperrte Glasglocke. Nach 48 Stunden ist fast immer die ganze Menge des auf diese Weise zu erhaltenden Ammoniaks aus der Erde ausgetrieben und von der Säure absorbirt worden. Es wird jetzt die Erde mittelst eines Glasstabes oder Spatels aufgerührt, dann eine neue Portion der titrirten Säure in den Apparat gebracht und die Säure nach abermals 48 Stunden auf einen etwaigen geringen Ammoniakgehalt geprüft.

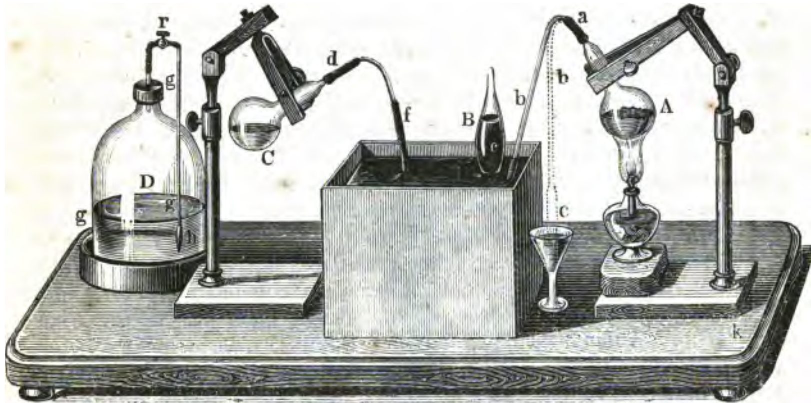
9. Salpetersäure.

Die Darstellung und Vorbereitung der salpeterhaltigen Bodenlösung geschieht auf folgende Weise. 1000 grm. des lufttrocknen Bodens übergiesst man mit so viel Wasser, dass die Gesammtmenge desselben mit der im Boden schon enthaltenen Feuchtigkeit 1500 CC. beträgt. Unter häufigem Umschütteln lässt man 48 Stunden lang stehen, filtrirt dann von der Flüssigkeit 1000 CC. möglichst klar ab und concentrirt dieselbe durch Eindampfen bis auf ein kleineres passendes Volumen, etwa 30 CC., bringt in eine Messröhre, giesst Wasser zu, bis die Flüssigkeit 40 CC. beträgt und be-

stimmt in je 20 CC. (entsprechend 333,33 grm. des lufttrocknen Bodens) die Salpetersäure entweder mit gleicher oder nach zwei verschiedenen nachstehend angegebenen Methoden.

a. Schlössing's Methode. Diese erfordert nachstehend abgebildeten Apparat.

Fig. X.



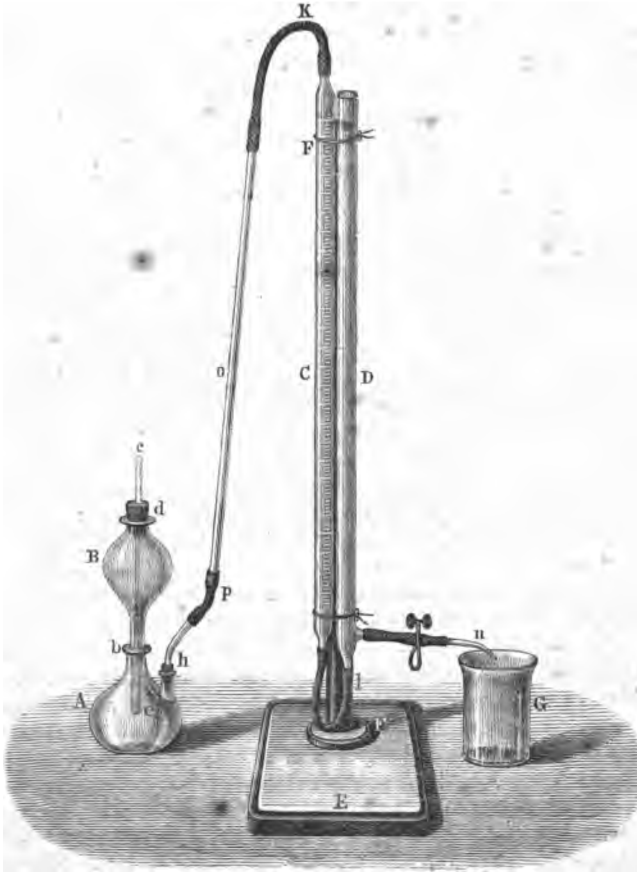
Man bringt das gelöste salpetersaure Salz in den Ballon *A*, dessen ausgezogener Hals durch eine vulkanisirte Kautschukröhre *a* mit einer engen Glasröhre *b* verbunden wird, *c* ist eine zweite mit *b* verbundene, 15 Cm. lange enge Kautschukröhre. Man kocht die Lösung des Salzes, welche neutral oder alkalisch sein muss, bis sie nur noch ein geringes Volumen einnimmt, treibt durch die Wasserdämpfe alle Luft aus *A* und den Röhren, taucht zuletzt *c* in ein Glas, welches eine Lösung von Eisenchlorür in Salzsäure enthält, entfernt die Lampe, regulirt das Zurücksteigen durch Zusammendrücken des Schlauches *c* mit den Fingern und lässt, wenn die Eisenlösung fast absorbirt ist, noch 3—4mal Salzsäure in getrennten Portionen zurücksteigen, um die Röhre, was unerlässlich nothwendig ist, ganz von Eisenchlorür zu befreien. Noch ehe Luft in die Röhre dringen konnte, schliesst man *c* mit einem eisernen Quetschhahn, taucht *c* unter das Quecksilber der Wanne und führt ihr Ende unter die Glocke *B*. Man setzt jetzt die Lampe wieder unter *A*, um die Reaktion vor sich gehen zu lassen, ersetzt unmittelbar darauf den Quetschhahn durch den Druck der Finger und hebt diesen wieder auf, sobald sich ein Druck von innen nach aussen geltend macht. In etwa 8 Minuten ist die Reaktion gewöhnlich beendet; ist dies der Fall, so nimmt man *c* unter *B* weg. *B* ist eine aus einem Vorstoss gemachte kleine Glocke. Sie muss

das 3—4fache Volumen des aufzufangenden Gases fassen; bei stürmischer Gasentwickelung wird es zuweilen nöthig, sie zur besseren Abkühlung der Dämpfe in der Wanne unterzutauchen. Der obere Theil von *B* ist so ausgezogen, dass ihr Hals später bequem in einen Kautschukschlauch geschoben und auch die Spitze leicht abgebrochen werden kann. Die Glocke wird zuerst mit Wasser gefüllt, um alle Luft zu entfernen, dann mit Quecksilber; zuletzt bringt man mittelst einer gekrümmten Pipette zuvor ausgekochte Kalkmilch hinein. Das in *B* eintretende Stickoxydgas wird durch letztere von jeder Spur sauren Dampfes befreit. Dasselbe soll nun in den Ballon *C* gebracht und daselbst durch Sauerstoffgas in Salpetersäure zurückverwandelt werden. Der Ballon *C* enthält etwas Wasser; er ist durch das Kautschukrohr *d* mit dem Glasrohr *e* verbunden, welches an seinem anderen Ende die dünne, 10 Cm. lange Kautschukröhre *f* trägt. Man erhitzt jetzt das in *C* enthaltene Wasser zum Kochen, bis durch die Wasserdämpfe alle Luft aus dem Ballon und den Röhren ausgetrieben ist, verbindet *f* mit der Spitze der Glocke *B* und bricht dann das Ende dieser Spitze ab. Anfangs schlägt sich der Dampf in der Glocke nieder, wobei gleichzeitig die kleine Menge in der Spitze haftender Kalkmilch herausgetrieben wird. Nimmt man aber jetzt die Lampe weg, so beginnt bald ein entgegengesetzter Strom, der das Stickoxydgas in den Ballon treibt. Geht dies zu schnell, so drückt man *f* mit den Fingern zusammen. Sobald die Kalkmilch in der Glocke fast bis an den Rand der Röhre *f* tritt, schliesst man *f* mit einem Quetschhahn. Man lässt jetzt, um auch den letzten Rest des Stickoxydgases nach *C* zu bringen, 20—30 CC. reines Wasserstoffgas in die Glocke treten und auch dieses wie zuvor absorbiren. Jetzt schliesst man *f* mit dem Quetschhahn, entfernt sein Ende von der Spitze der Glocke, verbindet es dafür mit der Glasröhre *h* des Sauerstoffbehälters *D*, öffnet dessen Hahn *r*, dann auch den Quetschhahn und lässt auf diese Weise Sauerstoff nach *C* treten. Sobald der Zweck erreicht, schliesst man *r*, trennt *h* und *f*, wartet eine Viertelstunde und bestimmt alsdann die regenerirte freie Salpetersäure mittelst ganz verdünnter Natronlauge.

b. nach der Schulze'schen Methode. Zur Ausführung ist nachstehend abgebildeter, dem Knop'schen Azotometer ähnliche Apparat nöthig. Die Methode beruht auf dem Princip, dass, wenn man Aluminium in Kalilauge löst, sich unter Wasserstoffentwickelung Thonerde-Kali bildet. Die Menge des entwickelten Wasserstoffs entspricht der Menge des gelösten Aluminiums. Wird zu der Wasserstoff entwickelnden Mischung ein salpetersaures Salz gebracht, so erhält man weniger Wasserstoff, als man bei Abwesenheit desselben erhalten haben würde, denn ein Theil des entstehenden

Wasserstoffs, dient dazu, die Salpetersäure in Ammoniak überzuführen ($NO_5 + 8H = NH_3 + 5HO$), und dieses Wasserstoffdeficit ist natürlich proportional der in Ammoniak übergeführten Salpetersäuremenge.

Fig. XI.



Da die im Handel vorkommenden Aluminium-Sorten sehr ungleich sind, so muss man sich zunächst für eine grössere Partie Aluminiumfeile die Gewichtsmenge Wasserstoff feststellen, welche eine bestimmte Quantität der Feile beim Auflösen in Kali liefert. Dies geschieht folgendermassen.

Während das kleine Kautschukrohr von h abgezogen ist, füllt man durch Eingiessen von Wasser in die Mündung von D—C und D mit Wasser, und lässt durch Lüften der Klammer g dann das Wasser so weit ab, dass das Niveau in C genau auch dem o Theilstriche steht. In A schüttet man die abgewogene Menge Aluminiumpulver, etwa 75 Milligramme, giesst dazu etwas Wasser, setzt dann B in den Hals von A luftdicht ein, nachdem man mittelst einer Messpipette ein genau gemessenes Volumen, etwas 5 CC. Alkalilauge hat einfliessen lassen. Ist sodann A durch Einschieben des Röhrchens h in das kleine Kautschukrohr mit dem gasvolumetrischen Theile des Apparates in Verbindung gesetzt, so sieht man noch einmal zu, ob das Wasserniveau in C genau auf dem o Theilstriche und das Wasser in D hierauf auf gleichem Niveau steht; wäre etwa das Niveau in D zu hoch, so würde durch Lüftung der Klammer g eine entsprechende Menge von Wasser abzulassen, oder im umgekehrten Falle Wasser in D nachzugiessen sein; ebenso wird man das richtige Niveau in C durch den Wasserstand in D leicht corrigiren können. Selbstverständlich muss während des ganzen Versuchs die Constanz der Temperatur in C und A, letztere durch Einstellen des Kolbens in Wasser von der betreffenden Temperatur, überwacht werden. Durch Lüftung von g lässt man nun ein beliebiges Quantum Wasser aus D ab, etwa soweit, dass das Niveau in D genau neben dem Theilstrich 30 des Rohrs C steht und das Niveau in C auf den Theilstrich 1 gesunken ist; zeigen sich beide Niveau's nach einiger Zeit ungeändert, und hat man sich hierdurch von dem nöthigen luftdichten Verschluss aller Theile des Apparates überzeugt, so lüftet man vorsichtig den Verschluss bei e durch geringe Hebung des Stabes c, um die in B befindliche alkalische Flüssigkeit zu dem Inhalte von A abfliessen zu lassen. Da wegen des niedrigeren Niveaus in D die Luft in A sich gegen die Luft in B oder die freie atmosphärische Luft unter einem Minderdruck befindet, so muss man genau darauf achten, dass in dem Momente, wo die Flüssigkeit aus B bis auf einen kleinen, die freie Communication zwischen A und B noch verhindernden Rückstand abgeflossen ist, die Oeffnung bei e wieder luftdicht geschlossen wird. Das Volumen der in B befindlich gewesenen Flüssigkeit (nach obiger Annahme also 5 CC.) wird von der Luft in C bei der Gasmessung nach beendigtem Versuche in Abzug zu bringen sein. Indem durch die Einwirkung des Alkalis das Aluminiumpulver sich auflöst, sinkt, entsprechend dem entwickelten Wasserstoffvolumen, das Niveau in C, während das aus C verdrängte Wasser ein Steigen des Niveau's in D veranlasst, und ein Ablaufenlassen des Wassers aus D nöthig macht, so dass beide Niveau's ungefähr gleich bleiben. Hat die Gasentwickelung in A ganz aufgehört, und hat man sich

überzeugt, dass das Wasser, in welchem der Kolben *A* stand, dieselbe Temperatur hat, wie die umgebende Luft und die von deren Temperatur abhängige Luft in *C*, so bringt man das Wasser in D auf gleiches Niveau mit dem Wasser in *C*, damit wie vor Beginn des Versuchs die Spannung der Luft in *A* und *C* genau dem Drucke der freien Luft entspreche, und liest den Stand des Niveau's in *C* ab; die so beobachtete Zahl minus der Anzahl *CC* Flüssigkeit, welche aus *B* in *A* abgeflossen war, drückt die durch das aufgelöste Aluminium entwickelte Anzahl *CC* Wasserstoffgas unter der obwaltenden Luftdruck-, Temperatur- und Wasserdampftensions-Einwirkung aus.

Man reducirt das abgemessene Volumen auf trockenen Zustand, 0° und 760^{mm}, bringt für 1000 CC. des so reducirten Volumens 0,08961 grm. in Rechnung und erfährt, indem man mit dem so gefundenen Gewicht des Wasserstoffs in das des angewandten Aluminiums dividirt, die Aequivalenz des fraglichen Aluminiumpulvers.

Anmerkung: Hat man an einer Sorte Aluminiumpulver, wovon ein genügender Vorrath zu einer grossen Reihe von Versuchen ausreichen soll, die Aequivalenz ein für alle Mal festgestellt, so kann man, wenn es sich um die Salpetersäurebestimmung durch die Wasserstoffdeficit-Messung handelt, jedesmal einen Vorversuch mit blossem Aluminium machen, um an der Wasserstoffmenge, welche es unter den obwaltenden Umständen gibt, die betreffenden Luftdruck-Temperatur- urd Wasserdampftensions-Correktionen entbehrlich zu machen.

Nachdem so die Aequivalenz des vorräthigen Aluminiumpulvers bestimmt und durch einen kleinen Vorversuch ermittelt wurde, wie viel CC. Wasserstoff 0,050 grm. Aluminium unter den an diesem Tage herrschenden Temperatur- und Druckverhältnissen liefern, bringt man die 20 CC. des eingedampften wässerigen Anszuges der Erde in das Kölbchen *A*, fügt eine gewogene Menge Aluminiumpulvers hinzu und zwar so viel, dass auf 1 Theil Salpetersäure mindestens 2 Theile Aluminium kommen, richtet den Apparat her wie oben angegeben, und lässt nun Kalilauge anfangs nur tropfenweise nach *A* fliessen. Soll nämlich die Ueberführung der Salpetersäure in Ammoniak eine totale sein, also das Wasserstoff-Deficit der Salpetersäure entsprechen, so muss der Auflösungs-Process des Aluminiums so geleitet werden, dass man mindestens 1 Stunde lang eine Wasserstoffentwicklung kaum bemerkt und der ganze Process erst nach 3—4 Stunden beendigt ist. Nachdem man sich überzeugt hat, dass Barometer- und Thermometerstand mit den anfänglichen übereinstimmen, liest man ab.

Beispiel.
Bestimmung der Aequivalenz des Aluminiums.
Zur Bestimmung verwendet 0,075 grm. Aluminiumfeile
Luftdruck . . . . 759^{mm}
Lufttemperatur und Temperatur des Sperrwassers . 15° C.
Verwendete Kalilösung . . . . 6 CC.
Abgelesenes Wasserstoffvolumen . . . . 93 CC.

Zunächst zieht man das Volumen der Kalilösung von dem Volumen des Wasserstoffes ab

$$93 - 6 = 87.$$

Die 87 CC. berechnet man auf 760^{mm} Barometerstand und auf 0° C. Temperatur trocken. (Siehe Anhang.)

$$759 - 12{,}677 = 746{,}323^{mm}$$

$$760 : 746{,}323 = 87 : x \qquad x = 85{,}434 \text{ CC.}$$

$$\frac{85{,}434}{1 + (15 \times 0{,}003665)} = 80{,}982 \text{ CC.}$$

bestimmt das Gewicht des corrigirten Wasservolumens

$$1000 : 0{,}8961 = 80{,}982 : x \qquad x = 0{,}007256 \text{ grm.}$$

jetzt dividirt man mit dem gefundenen Gewicht Wasserstoff in das der angewandten Aluminiummenge

$$\frac{0{,}075}{0{,}007} = 10{,}714.$$

Die Aequivalenz des fraglichen Aluminiumspulvers wäre also 10,714; das heisst 10,714 grm. Aluminium entwickeln 1 grm. Wasserstoff. (Für reines Aluminium, wenn dessen Atomgewicht = 13,75 ist, würde es 9,16 betragen.) Da 8 Aequiv. Wasserstoff = 8 einem Aequiv. Salpetersäure = 54 entsprechen ($NO_5 + 8\,H = NH_3 + 5\,HO$), so entsprechen auch 8 × 10,714 = 85,712 grm. des fraglichen Aluminiums 54 grm. Salpetersäure.

Bestimmung der Salpetersäure. Man hätte unter gleichen Druck- und Temperatur-Verhältnissen den 20 CC. wässrigen Erdauszug in Arbeit genommen. Man hatte angewendet 0,18 grm. Aluminiumfeile und 102,4 CC. Wasserstoff erhalten.

$$0{,}075 : 87 = 0{,}18 : x \qquad x = 208{,}8$$

0,18 grm. Aluminiumfeile würden 208,8 CC. Wasserstoff entwickelt haben, es wurden aber nur 102,4 CC. erhalten, das Wasserstoffdeficit betrug demnach 208,8 — 102,4 = 106,4 CC. und entspricht nach dem Ansatz

$$87 : 0{,}075 = 106{,}4 : x \qquad x = 0{,}092$$

0,092 grm. Aluminium und da 85,712 grm. Aluminium 54 grm. Salpetersäure entsprechen, so war nach dem Ansatz

$$85{,}712 : 54 = 0{,}092 : x \qquad x = 0{,}058$$

in den 20 CC. Erdauszug ($333\frac{1}{3}$ grm. lufttrockener Erde) 0,058 grm. Salpetersäure enthalten, in 1000 grm. luftrockener Erde also 0,174 grm.

10. Das Chlor. 300 grm. des Bodens lässt man mit 900 CC. durch etwas Salpetersäure angesäuertem Wasser unter häufigem Umschütteln 48 Stunden lang in Berührung, giesst sodann 450 CC. ab, filtrirt, dampft das klare Filtrat bis auf etwa 200 CC. ein, versetzt mit salpetersaurem Silberoxyd, filtrirt durch ein kleines Filter den entstandenen, einem Quantum von 150 grm. lufttrockenem Boden entsprechenden Niederschlag, wäscht zuerst mit salpetersäurehaltigem, zuletzt mit reinem Wasser aus, trocknet scharf, bringt den Inhalt des Filters so vollständig als möglich in einen kleinen Porzellantiegel und verbrennt das Filter auf dem Deckel desselben. Die Filterasche fügt man zu dem Chlorsilber in den Tiegel, setzt 2—3 Tropfen verdünnter Salpetersäure zu, erwärmt eine Zeit lang, fügt einige Tropfen Salzsäure zu, dampft ab, trocknet, erhitzt bis zum beginnenden Schmelzen und wägt. Die Chlorsilbermenge multiplicirt man mit dem Faktor 0,247, um das Chlorquantum zu erhalten.

Bei der Berechnung der Analyse muss man natürlich die dem Chlor äquivalente Menge Sauerstoff abziehen, da dasselbe nicht mit Oxyd, sondern mit Metall verbunden ist.

Anmerkung. Um die angeschmolzene Masse Chlorsilber, ohne den Tiegel zu verletzen, herauszubringen, legt man ein Stückchen Eisen oder Zink auf das Chlorsilber und übergiesst mit ganz verdünnter Salz- oder Schwefelsäure.

11. Die Reaktion des Bodens bestimmt man, indem man ein mässig feuchtes Klümpchen des Bodens auf empfindliches rothes und blaues Lackmuspapier legt, oder auch, indem man eine Portion der Erde in einem Trichter mit Wasser übersättigt und die ersten Tropfen der ablaufenden Flüssigkeit mit Lackmuspapier prüft.

IV. Bestimmung der Absorptions-Coefficienten des Bodens.

a. Man behandelt jedesmal 125 grm. Erde mit 500 CC. der $\frac{1}{10}$ atomigen Lösung von Chlorammonium, Chlorkalium, Chlormagnesium, Chlorcalcium, Chlornatrium, phosphorsaurem Natron, kieselsaurem Natron ($NaO.\ SiO_3$), schwefelsaurem und salpetersaurem Natron unter häufigem Umschütteln in zugestöpselten Flaschen 24 Stunden lang, filtrirt sodann ein möglichst grosses Quantum der Flüssigkeit ab und untersucht sie auf ihren Gehalt an sämmtlichen Bestandtheilen.

b) **Man bestimmt das Verhalten des Bodens gegen den Sauerstoff der Luft bei Gegenwart von alkalischen Stoffen.**

Die physikalischen Eigenschaften des Bodens.

1. Wasserhaltende Kraft des Bodens. Den mit zahlreichen feinen Löchern versehenen Boden eines Kästchens von dünnem Zinkblech, 17 Cent. hoch und im quadratförmigen Durchschnitt ungefähr 3 Cent. weit, bedeckt man mit einem Stückchen feiner, vorher angefeuchteter Leinwand und wägt das Kästchen. Der betreffende Boden muss vollständig lufttrocken sein (bei einem grössern Wassergehalt erhält man ganz andere, zu hohe Resultate, weil dann die Theilchen des Bodens sich nicht so dicht neben einander legen, die Zwischenräume oder Poren also mehr Wasser aufzunehmen vermögen); er wird in einer Reibschale vorher unter gelindem Druck so fein zerrieben, als möglich ist, ohne die etwa vorhandenen kleinen Steinchen zu zerstossen. Für diese Versuche kann die früher erwähnte Feinerde, welche zu allen Bestimmungen bei der Bodenanalyse benutzt wird, verwendet werden. Die möglichst fein zerriebene Erde wird in kleinen Portionen in das Zinkkästchen geschüttet und jedesmal durch gelindes Aufklopfen des Kästchens ein dichtes und gleichförmiges Zusammensitzen der Bodentheilchen bewirkt, bis zuletzt das ganze Kästchen mit Erde angefüllt ist. Man stellt nun das Kästchen, nachdem es gewogen worden ist, mit seinem durchlöcherten Boden, 3—4 Millim. tief in Wasser und lässt die Erde von unten her mit Wasser sich vollsaugen. Die Feuchtigkeit erscheint je nach der Beschaffenheit des Bodens in kürzerer oder längerer Zeit an der Oberfläche desselben; man lässt den Apparat im Wasser stehen, bis nach mehrmaligem Wägen nur noch höchst unbedeutende Gewichtsveränderungen zu bemerken sind. Die gesammte Gewichtszunahme ergibt die Menge des absorbirten Wassers, welche in Procenten des lufttrockenen sowohl als des völlig wasserfreien Bodens berechnet wird.

2. Verdunstung der Feuchtigkeit. Man benutzt die eben beschriebenen 17 Cent. hohen Zinkkästchen, in welchen man die eingefüllte Erde von unten her mit Wasser sich vollsaugen lässt, steckt jedes derselben in eine eng anschliessende Hülse von dicker Pappe und stellt hierauf die Kästchen mit den verschiedenen Bodenarten neben einander in ein Holzkistchen, welches mit dem Deckel gerade die Höhe der Zinkkästchen hat. Das Holzkistchen wird mit einem Deckel verschlossen, welcher entsprechend dem Durchmesser der Zinkkästchen Ausschnitte hat, so dass, wenn

das Ganze vor ein nach Süden ausgehendes Fenster in die Sonne gestellt wird, die direkten Sonnenstrahlen nur auf die Oberfläche der Erden einwirken können.

Alle 24 Stunden (oder auch zweimal am Tage, Morgens und Abends) werden die Zinkkästchen aus den Hülsen herausgenommen und der Gewichtsverlust ermittelt, und diese Wägungen je nach der Witterung 14 Tage bis 4 Wochen fortgesetzt, auch mehrmals täglich die Temperatur der Luft in der Nähe des Apparates beobachtet. Anfangs wird man bemerken, dass die Verdunstung bei allen Bodenarten, auch in der heissen Sonne, eine ziemlich gleiche ist, bald aber wird die Schnelligkeit der Verdunstung bei den thon- und humusreichen Bodenarten weit geringer, als bei den sandigen, überhaupt denjenigen Erden, welche eine grosse Capillarkraft besitzen und die Feuchtigkeit aus den tieferen Schichten rasch an Oberfläche steigen lassen. Es tritt ein Punkt ein, wo die Differenzen in der Verdunstung am grössten sind, von welchem Punkte an sie wiederum abnehmen, bis die verschiedenen Bodenarten unter gleichen äusseren Verhältnissen eine Zeit lang ziemlich gleich viel Feuchtigkeit ausdunsten und von diesem Punkte an abermalige Differenzen sich einstellen, so aber, dass von jetzt an die thon- und humusreichen Böden schneller ausdunsten, als die Sandböden, weil die letzteren bereits fast bis auf den lufttrockenen Zustand ausgetrocknet sind, die ersteren aber noch eine beträchtliche Menge Feuchtigkeit enthalten. Da die Menge der Erde und des ursprünglich absorbirten Wassers in jedem Kästchen bekannt ist, so kann leicht die jedem Zeitpunkte entsprechende Menge des verdunsteten Wassers in Procenten der lufttrockenen oder der wasserfreien Erde berechnet werden. Man wird also die Verdunstung vorzugsweise von dem Punkte an, wo das Charakteristische bei der Verdunstung in den einzelnen Erden deutlich hervortritt, bis zu dem Punkte, wo dasselbe wiederum verschwindet, zu verfolgen haben und zwar stets im Vergleich mit zwei Normal-Bodenarten, einem recht sandigen und einem thonreichen Boden von mittlerem Humusgehalte.

3. Um das Wasser durchlassende Vermögen des Bodens zu bestimmen, wird ein viereckiges circa 25 Cent. hohes und 3 Cent. weites Zinkkästchen, welches unten mit einem flachtrichterförmigen Ansatz und engem Ausflussrohr versehen ist, zuerst am unteren Ende mit lockerer Baumwolle verschlossen, so dass die Baumwolle durch das Trichterrohr hindurchgeht und noch aus demselben ein wenig hervorsteht. Hierauf wird ein wenig grober Quarzsand auf die Baumwolle geschüttet und damit die trichterförmige Vertiefung des Apparates ausgefüllt; man feuchtet den Sand und die Baumwolle mit Wasser an und wägt den Apparat. Dann füllt man unter gelindem Aufklopfen lufttrockene feinpulverige Erde hinein,

bis die ganze Erdschicht eine Mächtigkeit von circa 16 Cent. erreicht hat; der Apparat mit der lufttrockenen Erde wird wieder gewogen, um das Gewicht der eingefüllten Erde zu ermitteln und die letztere sodann durch vorsichtiges Uebergiessen mit Wasser gesättigt. Nach dem Abtropfen des überschüssigen Wassers bestimmt man durch Wägen des ganzen Apparates die Menge des absorbirten Wassers und somit die Wasser haltende Kraft der Erde. Dann giesst man vorsichtig, ohne den Boden an der Oberfläche aufzuwühlen, 8 Cent. hoch (welche Wassersäule in dem betreffenden Apparat 60—70 grm. wiegt) Wasser auf die nasse Erde und beobachtet, wie lange Zeit verfliesst, bis das Abtropfen aufhört. Das Abtropfen beginnt augenblicklich nach dem Aufgiessen des Wassers auf den vorher mit Feuchtigkeit gesättigten Boden und hört sofort auf, sobald die Flüssigkeit an der Oberfläche des Bodens vollständig verschwunden ist. Bei der Wiederholung der Operation wird fast immer etwas längere Zeit zum Durchsickern des Wassers erfordert, als das erste Mal. Man muss daher den Versuch wenigstens dreimal wiederholen und aus den erhaltenen Resultaten das Mittel ziehen.

4. Beobachtungen über das Aufsaugungsvermögen (Capillar-Anziehung) des Bodens für Wasser. Glasröhren von 70—80 Cent. Höhe und 1 $^1/_2$—2 Cent. Durchmesser, in ihrer ganzen Länge in Centimeter eingetheilt, werden am unteren Ende mit feiner Leinwand verschlossen (die mit einem Kautschuk-Ring leicht befestigt wird) und unter gelindem Aufklopfen nach und nach mit der feinpulverigen Erde angefüllt, dann mit dem unteren Ende 3—4 Millim. tief in Wasser gestellt und ermittelt, wie lange Zeit erforderlich ist, bis die Feuchtigkeit bis zu einer gewissen Höhe (30—50—70 Cent.) in die Erde aufsteigt.

Derselbe Apparat kann auch benutzt werden, um zu untersuchen, bis zu welcher Tiefe und wie schnell eine gewisse Wassersäule (z. B. von 6 oder 12 Cent.) in die völlig lufttrockene Erde von oben her eindringt.

5. Absorption von Wasser durch den Boden aus feuchter Luft. 10 grm. des lufttrockenen Bodens werden in einem flachen Zinkkästchen über eine Fläche von 25□ Cent. ausgebreitet, sodann 3 × 24 Stunden lang unter eine mit Wasser gesperrte Glasglocke gestellt und die Menge des bei der herrschenden Zimmertemperatur absorbirten Wassers ermittelt.

6. Absorption der Sonnenwärme und die aufgenommene Wärme zurückhaltende Kraft. Ein würfelförmiges Zinkkästchen, 5—6 Cent. im Durchmesser, wird mit der möglichst feinpulverigen Erde angefüllt, dem Einfluss des direkten Sonnenlichtes bei einer Lufttemperatur von 30—40° C. in der Sonne

einige Stunden lang ausgesetzt und beobachtet, wie hoch die Temperatur an der Oberfläche, in der obersten 1 Cent. dicken Schicht der betreffenden Erde sich erhebt. Will man untersuchen, bis zu welcher Tiefe und in welchem Grade die an der Oberfläche absorbirte Sonnenwärme in die Erde eindringt, so sind hierzu grössere Quantitäten Boden und entsprechend tiefe Gefässe erforderlich.

Um die Wärme zurückhaltende Kraft des Bodens zu prüfen, erwärmt man in dem eben erwähnten Zinkkästchen die ganze Menge der lufttrockenen Erde künstlich so weit, bis ein Thermometer im Mittelpunkte des Gefässes genau 50° C. zeigt und beobachtet dann, wie lange Zeit erforderlich ist, bis die Erde wiederum bis zur Lufttemperatur oder etwa 20° C. abgekühlt ist. Auch hierbei ist stets ein Normalboden gleichzeitig dem Versuche zu unterwerfen.

Untersuchung der Ackererden auf die Faktoren ihrer Fruchtbarkeit

nach W. Knop.

1. Man schliesst, nachdem man den zu untersuchenden Ackerboden auf dem Felde beobachtet und die Anzahl der gröbsten Gesteine in Centner Erde abgeschätzt und notirt hat, einige Kilogramme Erde in eine Glasflasche ein.

2. Man trocknet von letzterem Vorrathe 30 grm. bei 95—100° aus und bestimmt den Wassergehalt, den man bei allen späteren Operationen in der Weise in Rechnung bringt, dass man zu jeder derselben, nach Abrechnung dieses gefundenen Wassergehaltes, 100 grm. des trockenen Bodenkörpers dem Versuch unterwirft.

3. Man stellt diese nahe an 100° getrocknete Erde 5—8 Tage in unmittelbarer Nähe der Wage an offener Luft bei Seite, liest zu einer Zeit die Temperatur des Raumes ab, wägt die Erde und notirt die Zunahme, welche diese Probe durch Aufsaugen der atmosphärischen Feuchtigkeit erlitten hat. Diese Operation mit derselben Probe ist mehrmals zu wiederholen. Man berechnet dann nach der Formel: $K = \frac{\sqrt{p}}{T}$ die Condensation der zu prüfenden Erden für ein Kilogramm.

K = die Condensation für 1 Kilogramm der Substanz.
p = die Wassermenge, welche die Erde bei jeder beliebigen Temperatur unterhalb des Siedepunktes aus der Atmosphäre condensirt.
T = die Temperaturabnahme vom *o* Punkte der umgekehrten Thermometerskala Réaumur's an gerechnet. (Der Eispunkt des Wassers liegt nun bei 80° R. und es sind + 20° der gewöhnlichen Bezeichnung nach Réaumur = 60° T; — 20° = 100° T). Siehe Vers. Stat. B. 6 p. 284 ff.

4. Man ermittelt das specifische Gewicht der Erde, indem man 200 grm. derselben in einen 500 CC. fassenden Kolben schüttet, mittelst eines 100 CC. fassenden Kolbens den ersteren bis zur Marke füllt und den in dem Hunderter-Kolben bleibenden Rest im graduirten Rohr abmisst.

5. Man schüttelt 100 grm. Erde mit 200 CC. einer ammoniakalischen Lösung von salpetersaurem Kalk, welche so bereitet und titrirt ist, dass sie in diesem Quantum 1 grm. CaO und die der Salpetersäure äquivalente Menge Aetzammoniak enthält. Nach öfterem Umschütteln im Verlauf von 24 Stunden bestimmt man in dieser ammoniakalischen Flüssigkeit den hinterbliebenen Kalk.

Der fehlende Kalk ist fast ganz von der Humussubstanz der Erde gebunden und drückt zum Theil die vorhandene Menge derselben, zum Theil Eigenschaften des vorhandenen Humus aus.

6. Man bestimmt in einem, dem Humusgehalt der betreffenden Ackererde entsprechend gewählten Quantum Erde den Kohlenstoff durch Analyse derselben mittelst Schwefelsäure und Chromsäure (Siehe pag. 124 ff.), nachdem die Erde durch längeres Stehen mit der Schwefelsäure und Durchleiten von Luft von der Kohlensäure ihrer kohlensauren Salze befreit worden ist. 58 Thle. Kohlenstoff entsprechen 100 Thlen. Humus.

7. Man kocht einige Stunden 100 grm. Erde mit 400 grm. Wasser und 100 grm. conc. Salpetersäure und analysirt die erhaltene Lösung vollständig nach den pag. 118 ff. angegebenen Methoden, den Rückstand aber nicht ohne besondere Gründe.

8. Man zerlegt den Boden durch die mechanische Analyse. Man führt diese aber nicht durch Schlämmen im Nöbel'schen Apparat aus, sondern dadurch, dass man 100 grm. Ackererde auf ein zu diesem Zweck eingerichtetes feines Sieb (Sieb Nr. I *) vom Messingdraht wirft, dieses in Wasser stellt und die Erde mittelst eines Pinsels durch das Sieb treibt. Hierbei geht die Feinerde durch das Sieb, alle Glieder des Bodenskeletts bleiben auf dem Siebe. Die Feinerde bringt man auf's Filter, trocknet und wägt sie.

---

*) Conf. pag. 147.

Ebenso wägt man den Rückstand auf dem Siebe Nr. I.

9. Den erwähnten Rückstand (das vollständige Bodenskelett) zerlegt man durch verschiedene Siebe und Durchschläge in vier Glieder, die man wägt. Bei den gröbsten Kiesen zählt man die einzelnen Stücke der verschiedenen Gesteinsarten und unterscheidet

1. Sand, von dem Korne des gröberen Streusandes,
2. Feinkies, Korn von Rübsamengrösse,
3. Mittelkies, Korn von der Grösse des Coriandersamens,
4. Grobkies, Korn von der Grösse der Erbsen. Man behandelt die einzelnen Glieder mit Salzsäure, prüft, ob sich dabei Kalk- oder Dolomitgesteine lösen und beschreibt sie mineralogisch.

10. Man kocht eben so lange, wie bei Nr. 7, 100 grm. Erde mit derselben Menge Salpetersäure und vorher bereiteter Chromsäure, verwirft die Lösung, wäscht durch Dekantiren und trocknet den Rückstand. Dieser Rückstand ist der in der zu prüfenden Ackererde enthaltene Ackerboden minus der Bestandtheile, die man bei Analyse der unter Nr. 7 erhaltenen Flüssigkeit gefunden hat.

Man zerlegt diesen Ackerboden ebenso, wie unter Nr. 8 und Nr. 9 für die ganze Ackererde angegeben.

11. Man zieht 100 grm. der zu untersuchenden Ackererde mit 200 CC. einer heiss gemachten Lösung von Weinsäure und Oxalsäure in Aetzammoniak aus.

Diese Lösung wird bereitet, indem man 100 grm. Weinsäure, 10 grm. Oxalsäure mit einem mässigen Ueberschuss von Aetzammoniak versetzt und das Ganze durch Wasserzusatz auf 1 Liter Flüssigkeit bringt.

Diese Lösung zieht, indem man die Erden im Verlauf einer Viertelstunde damit schüttelt, bestimmbare Mengen von Eisenoxydhydrat und Thonerdehydrat aus jeder Erde, die ein wirkliches Absorptionsvermögen hat, aus.

12. Man behandelt 100 grm. Erde mit 200 CC. einer Salzmischung, die das Verhalten der Erde zu den vornehmsten Pflanzennährstoffen kund gibt.

Man löst nämlich 1. Kalisalpeter
2. Kalksalpeter
3. schwefelsaure Magnesia
4. phosphorsaures Kali ($KO . 2 HO, PO_5$)

in solchen Mengen in 1 Liter Wasser, dass dieses Liter von jedem Salze (wasserfrei gedacht) 5 grm. d. i. 5 pro Mille enthält.

Man schüttelt die oben angegebene Menge Erde und Salzlösung im Verlauf von 24 Stunden so oft als möglich mit einander durch und bestimmt dann die Mengen Säuren und Basen, die in

100 oder 150 CC. der abfiltrirten Flüssigkeit enthalten sind; woraus man die von der Erde absorbirten Mengen berechnet.

Bei der Beschreibung der Ergebnisse aller dieser Prüfungen gibt man die Farbe der Ackererde, die ihrer Feinerde und die des in der Ackererde enthaltenen Ackerbodens an. Bei den gröberen Kiesen zählt man die Stücke und giebt an, wie viele davon Quarz, Feldspath, Thonschiefer, Kalkstein, Dolomit etc. waren.

Untersuchung käuflicher Düngstoffe

nach Stohmann.

I. Saurer phosphorsaurer Kalk. Superphosphat.

Die zur Anfertigung dieses Fabrikats dienenden Rohstoffe sind Knochenmehl, Knochenkohle, Bakerguano, Sombrerophosphorit und südamerikanische Knochenasche. Sie werden sämmtlich mit Schwefelsäure mit oder ohne Zusatz von Salzsäure, selten mit einem Zusatz von Salpetersäure aufgeschlossen. Einzelne Fabriken geben den Superphosphaten noch einen höheren Stickstoffgehalt, indem sie Ammoniaksalze, Leim, gedämpftes und staubfeines Hornmehl, Wolllumpenmehl, Flechsenmehl u. dgl. zusetzen. Der Werth aller dieser Fabrikate richtet sich zunächst nach ihrem Gehalt an löslicher Phosphorsäure und dieser kann allein entscheidend sein bei allen aus Knochenkohle, Knochenasche, Bakerguano und Phosphorit angefertigten Präparaten.

Die Analyse der Superphosphate umfasst daher die Bestimmung der löslichen Phosphorsäure und eventuell die der Gesammtmenge der Phosphorsäure und des Stickstoffs.

I. Bestimmung der löslichen Phosphorsäure durch Titrirung. Dieselbe ist nur da möglich, wo man es mit Phosphaten zu thun hat, welche entweder keine oder doch nur Spuren von Eisenoxyd und Thonerde enthalten, wie es bei allen Knochenmehl-, Knochenasche-, Knochenkohle- und Bakerguano-Superphosphaten der Fall ist.

Darstellung der Titreflüssigkeiten. *a.* eine beliebige Menge schwarzes Uranoxyd wird in Salpetersäure gelöst. Die Lösung wird im Wasserbad zur Trockene verdampft, um freie Salpetersäure soweit wie möglich zu entfernen. Den Rückstand löst

man in Wasser und fügt etwas essigsaures Natron zu, wodurch die immer noch vorhandene Salpetersäure an Natron gebunden wird. Die Flüssigkeit wird dann filtrirt und beliebig verdünnt.

Den Titer der Uranlösung stellt man auf eine Lösung von reiner Phosphorsäure von genau bekanntem Gehalt und zwar von solcher Concentration, dass jeder CC. möglichst genau 0,005 grm. PO_5 enthält. *b.* Um diese Lösung zu bereiten, nimmt man die reine Phosphorsäure der Apotheken, bestimmt ihren Gehalt durch die Analyse mit schwefelsaurer Magnesia und Ammoniak (Siehe pag. 120), berechnet darnach die Menge der zu 1 Liter Lösung erforderlichen Säure, wägt diese ab und fügt soviel reines krystallisirtes kohlensaures Natron hinzu, dass auf je 1 Atom Phosphorsäure 3 Atome Natron kommen. Das dritte Atom kohlensaures Natron bleibt dabei unzersetzt und wird durch Zusatz von Essigsäure neutralisirt. Durch den Zusatz von 3 Atomen Natron ist man sicher, dass bei der Zersetzung niemals eine andere freie Säure auftreten kann, wie Essigsäure, und diese ist ohne Wirkung. Die Lösung des phosphorsauren Natrons wird auf 1 Liter verdünnt und nun zur endgültigen Feststellung des Titers noch eine direkte Bestimmung mit schwefelsaurer Magnesia und Ammoniak vorgenommen.

Zur Ausführung der Analyse wird die Probe zunächst möglichst sorgfältig gemischt. Ist das Superphosphat trocken genug, so wird das Feine abgesiebt und der Rest im Porzellanmörser zerrieben und gesiebt, worauf das Ganze wieder sorgfältig gemischt wird. Beim Baker- und Sombrero-Superphosphat ist ein Sieben selten möglich, da sie im Mörser zu einer schmierigen Masse zusammenballen, man kann da durch anhaltendes Zerreiben nur für eine möglichst gleichartige Mischung sorgen. Von der so zubereiteten Probe werden annähernd 20 grm. genau abgewogen, in einer Literflasche mit etwa 800 CC. kaltem Wasser übergossen und während drei Stunden häufig umgeschüttelt. Nach drei Stunden wird die Flüssigkeit in der Literflasche auf 1000 CC. gebracht, durch Umschütteln sorgfältig gemischt, und eine beliebige Quantität davon durch ein trockenes, faltiges Filter filtrirt.

Von dieser Flüssigkeit verwendet man 50 CC. zum Titriren. Die 50 CC. entsprechen sehr annähernd 1 grm. Substanz, es sind mithin für jedes Procent Phosphorsäure etwa 2 CC. Uranlösung zu verwenden. Die Flüssigkeit wird in einer kleinen Kochflasche mit 10 CC. einer Flüssigkeit versetzt, welche durch Lösen von 100 grm. krystallisirtem essigsauren Natron, 100 CC. Acetum concentratum und Verdünnung bis zum Liter dargestellt ist. Auf Zusatz dieser Lösung scheidet sich etwa vorhandenes phosphorsaures Eisenoxyd ab. Ist die Menge desselben irgendwie erheblich,

so ist die Titrirung überhaupt nicht anwendbar; tritt dagegen nur ein geringes Opalisiren der Flüssigkeit ein, so kann man die Gegenwart des Eisenphosphats übersehen, und wird nur sehr geringe, durchaus nicht beachtenswerthe Fehler dadurch begehen.

Die Flüssigkeit wird über der Lampe auf etwa 50° erwärmt, worauf man annähernd die erforderliche Menge der Uranlösung zugibt. Hat man z. B. reichlich 20 grm. Substanz abgewogen und erwartet etwa 15 Procent lösliche Phosphorsäure zu finden, so lässt man gleich aus der Bürette 25 CC. Uranlösung zufliessen. Es entsteht sofort ein hellgelber Niederschlag, der sich aber erst beim Sieden vollständig abscheidet. Man erhitzt daher zum Kochen und prüft dann mit Blutlaugensalz. Zu dem Zwecke nimmt man mittelst eines Glasstabes einen Tropfen der Flüssigkeit und setzt ihn auf einen weissen Teller. Unmittelbar daneben bringt man mit einem andern Glasstabe einen Tropfen einer Blutlaugensalzlösung, bestehend aus etwa gleichen Volumtheilen einer gesättigten Lösung und Wassers. Sobald die beiden Tropfen in einander fliessen, entsteht bei dem geringsten Ueberschuss von Uran an der Berührungsstelle sofort eine braune Zone, bei grösserem Ueberschuss bildet sich ein starker brauner Niederschlag.

Zeigt die erste Probe die Abwesenheit von gelöstem Uran an, so fährt man mit dem Zusatz der Uranlösung fort und prüft jedesmal, nachdem 2 CC. zugegeben sind. Zuletzt wird dann der richtige Punkt überschritten, man hat aber den richtigen Gehalt innerhalb des letzten 2 CC. Ist z. B. bei 30 CC. noch keine Reaktion eingetreten, bei 32 CC. aber schon eine sehr starke, so wiederholt man die ganze Operation, wobei man in diesem Falle gleich von vornherein 30 CC. Uranlösung zugibt und nun nach jedem Zusatz von 0,2 CC. die Prüfung vornimmt. Durch diese Doppelbestimmung kommt man weit rascher zum Ziele, als wenn man gleich in der ersten Flüssigkeit die Operation beenden wollte, und erreicht genauere Resultate.

Bei sehr gehaltreichen Superphosphaten, oder bei solchen, die viel freie Säure enthalten, kann der Fall eintreten, dass 10 CC. essigsaures Natron nicht ausreichend sind, um alle freie Säure an Natron zu binden. Man erhält dann eine Reaktion auf Uran, ehe noch alle Phosphorsäure ausgefällt ist, weil die freie Säure das phosphorsaure Uranoxyd löst. Die hierbei eintretende Reaktion unterscheidet sich aber von der richtigen dadurch, dass eine im ganzen Tropfen verschwimmende Färbung entsteht, während bei richtiger Beschaffenheit der Flüssigkeit die braune Färbung sich als scharf umgrenzte Zone darstellt. Sobald man dieses bemerkt, gibt man noch etwa 5 CC. essigsaures Natron zu und findet, wenn

wirklich freie Säure zugegen war, dass die Reaktion nun verschwindet. Um in dieser Beziehung sicher zu gehen, sollte man jedesmal nach der ersten Titrirung wenigstens 5 CC. der essigsauren Natronlösung zugeben, zum Sieden erhitzen und von Neuem prüfen. Bleibt die Reaktion constant, so war die Menge des essigsauren Natrons genügend.

2. Bei der gewichtsanalytischen Bestimmung der löslichen Phosphorsäure erwärmt man 50 CC. der oben beschriebenen wässrigen Lösung unter Zusatz von ein paar Tropfen Salzsäure im Wasserbade, fügt Ammoniak bis zum bleibenden Niederschlage und dann Essigsäure zu. Ganz klar löst sich dabei selten Alles, sondern es bleibt eine grössere oder geringere Menge Eisenphosphat zurück. Ist die Menge desselben irgendwie erheblich, so ist es abzufiltriren, auszuwaschen, zu trocknen und zu glühen und als $Fe_2 O_3 PO_5$ zu bestimmen. Ist dagegen nur eine Spur von Eisenphosphat zugegen, die so gering ist, dass sie die quantitative Bestimmung nicht lohnt, so wird die heisse essigsaure Lösung unmittelbar mit oxalsaurem Ammoniak versetzt, um den Kalk abzuscheiden. Das Filtrat enthält alle Phosphorsäure, aber auch alles Eisenoxyd, da das abgeschiedene phosphorsaure Eisenoxyd bei Gegenwart von Essigsäure durch das oxalsaure Ammoniak zersetzt wird. Vermischt man das Filtrat mit schwefelsaurer Magnesia und dann mit Ammoniak, so fällt alle Phosphorsäure als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia, während das Eisenoxyd als Hydrat gefällt wird. Bei ruhigem Stehen bemerkt man häufig auf der weissen phosphorsauren Ammoniak-Magnesia einen gelblichen Ring von Eisenoxydhydrat.

Neutralisirt man die Lösung vor dem Zusatz der schwefelsauren Magnesia mit Ammoniak, so wird phosphorsaures Eisen zuerst gefällt, und der Rest der Phosphorsäure geht dann die Verbindung mit Magnesia ein. Man hat also in diesem Niederschlage phosphorsaure Ammoniak-Magnesia mit Eisenoxydhydrat oder mit phosphorsaurem Eisenoxyd gemengt und muss also unter allen Umständen einen zu hohen Phosphorsäuregehalt finden. Hat man einige Phosphorsäure-Bestimmungen gemacht und dabei die Menge des sich aus der essigsauren Lösung abscheidenden Eisenphosphats bestimmt, so wird man sehr bald nach der Beschaffenheit des Niederschlages zu beurtheilen im Stande sein, ob eine Eisenbestimmung erforderlich ist oder nicht.

Beim Sombrero-Superphosphat ist stets die Gewichtsanalyse anzuwenden, jedoch stets unter Berücksichtigung des Eisenphosphats. Aber auch hierbei begeht man noch einen Fehler, denn das Sombrerophosphat enthält neben dem Eisenoxyd auch Thonerde, und die phosphorsaure Thonerde wird mit dem phosphorsauren Eisen-

oxyd gemeinschaftlich aus der essigsauren Lösung abgeschieden. Berechnet man nun den ganzen Niederschlag als phosphorsaures Eisenoxyd, so findet man weniger Phosphorsäure, als darin enthalten ist, weil eine gleiche Menge phosphorsaure Thonerde mehr Phosphorsäure enthält, als eine gleich grosse Menge phosphorsaures Eisenoxyd. Der hierdurch entstehende Fehler ist aber so gering, dass auch er bei technischen Untersuchungen übersehen werden kann.

Aus dem Eisenphosphat (Fe_2O_3, PO_5) erhält man die Phosphorsäuremenge durch Multiplikation mit dem Faktor 0,47.

3. Bestimmung der unlöslichen Phosphorsäure in Knochenmehlsuperphosphaten. Es wird dieselbe Quantität Substanz wie bei der Darstellung der wässrigen Lösung in die Literflasche gebracht, mit Wasser übergossen, 20 CC. Salpetersäure zugegeben und einige Stunden lang im Wasserbade digerirt. Beim Umschütteln sieht man leicht, ob die Menge der Salpetersäure genügend war, indem sich bei völliger Zersetzung alles bis auf Kohle und Sand löst. Ist nach längerer Digestion nicht alles gelöst, so gibt man noch 10 CC. Salpetersäure mehr zu und erwärmt noch einige Stunden lang. Nach dem Erkalten wird zu 1000 CC. verdünnt und auf die oben angegebene Weise titrirt, wobei jedoch statt 10 CC. die doppelte Menge essigsaurer Natronlösung anzuwenden ist. Nach beendigtem Titriren der ersten Probe überzeugt man sich durch ferneren Zusatz von 10 CC. essigsaurem Natron, ob die angewandte Menge genügend war. Man findet auf diese Weise die Gesammtmenge der Phosphorsäure, in einer zweiten Probe wird die in Wasser lösliche Phosphorsäure bestimmt, und damit alle Daten gewonnen.

4. Die Stickstoffbestimmung wird in den Superphosphaten, wie alle Stickstoffbestimmungen, durch Verbrennen mit Natron-Kalk, Auffangen des Ammoniaks in titrirter Schwefelsäure und Bestimmung des Restes mit Natron ausgeführt. Siehe pag. 65.

Für landwirthschaftliche Zwecke dürften vorstehende Bestimmungen genügen, will man die Analyse vollständiger haben, führt man noch folgende Bestimmungen aus:

5. Die Feuchtigkeit und den Wassergehalt des Gypses durch Trocknen von 3 grm. Substanz bei 160—180° C.

6. Die organischen Substanzen und flüchtigen Theile durch Glühen des in 5. erhaltenen Rückstandes und Feststellung des stattfindenden Gewichtsverlustes.

7. Sand und Thon durch Glühen des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes von 6. und Abwägen.

Die salzsaure Lösung theilt man in zwei Theile und bestimmt

8. in dem einen die **Schwefelsäure** und **Alkalien** nach pag. 118 ff.

9. In dem zweiten **Kalk** und **Magnesia** nach pag. 118.

10. Bei Gegenwart von **Salzsäure** bestimmt man dieselbe, nachdem man 3 grm. Asche mit salpetersäurehaltigem Wasser ausgezogen hat nach pag. 135.

11. Etwa vorhandene **Salpetersäure** bestimmt man nach pag. 128 ff.

12. Etwa vorhandenes **Ammoniak** nach Schlössings pag. 129 angegebener Methode.

II. Knochenmehl.

Die chemische Analyse der Knochenmehle bietet mit Berücksichtigung des bei den Superphosphaten gesagten keine Schwierigkeit.

5 grm. des Knochenmehles werden bei 100—105° C. im Platintiegel getrocknet und bei gelinder Hitze verbrannt, bis weisse Asche zurückbleibt. Diese wird in möglichst wenig Salpetersäure gelöst, die Flüssigkeit wird vom Sande abfiltrirt und in einer 200 CC. Flasche aufgefangen, um zum Titriren der Phosphorsäure zu dienen.

Eine Verbrennung mit Natron-Kalk gibt den Stickstoffgehalt. Die Analyse ergibt folgende Daten: Feuchtigkeit, organische Substanz und deren Stickstoffgehalt, Knochenasche und deren Phosphorsäuregehalt und endlich Sand.

Weiterer Kriterien für die chemische Reinheit des Knochenmehls bedarf man nicht.

Die mechanische Beschaffenschaft bestimmt man durch Sieben durch drei Siebe, von denen Nr. I. der Siebe auf einem Quadratcentimeter 1089 Maschen, Nr. II. 484 Maschen, Nr. III. 256 Maschen hat. Der Rest, welcher auf dem Siebe Nr. III. zurückbleibt, wird als Nr. IV. bezeichnet. Die Quantität und Beschaffenheit dieses Restes lassen dann deutlich erkennen, ob noch eigentliche Knochensplitter vorhanden sind.

III. Guano.

Zur Beurtheilung des Werthes einer Guanofarbe genügt es in den meisten Fällen den Stickstoffgehalt und Phosphorsäuregehalt festzustellen. Die genaue Wasserbestimmung wird nur in solchen Fällen auszuführen sein, wenn Differenzen wegen zu feuchter Lieferung u. dergl. entstehen sollten.

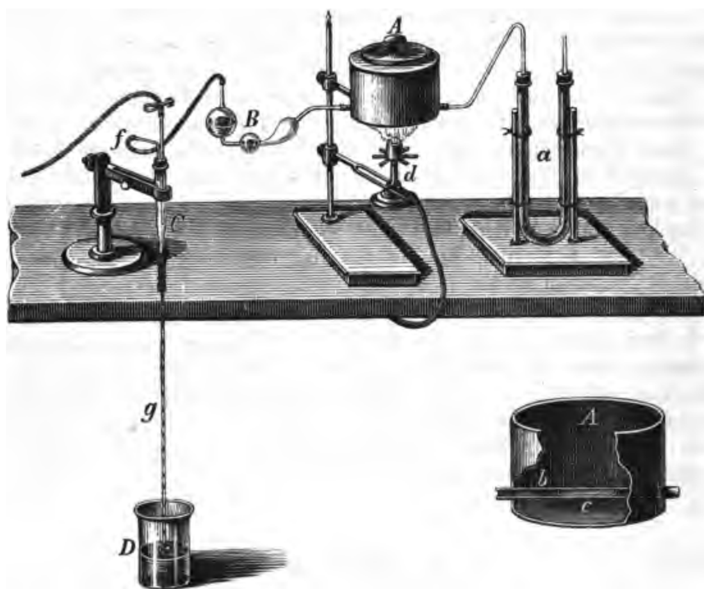
6—8 grm. Guano werden im Platintiegel vorsichtig verbrannt. Der Rückstand wird in Salpetersäure gelöst, vom Sande abfiltrirt

und das Filtrat zu 200 CC. verdünnt. In 50 CC. wird die Phosphorsäure nach pag. 143 titrirt. Oder es wird im Filtrat der Kalk mit oxalsaurem Ammoniak abgeschieden und vor dem Gebläse in Aetzkalk verwandelt, oder als schwefelsaurer Kalk gewogen und dann in der Flüssigkeit die Phosphorsäure als pyrophosphorsaure Magnesia bestimmt. Man hat dann folgende Daten: organische Substanz und Feuchtigkeit,*) Sand, Kalk, Phosphorsäure, der Verlust gibt Magnesia, Alkalien etc.

In einer besonderen Probe wird der Stickstoff nach pag. 63 ff. bestimmt.

Zur Wasserbestimmung dient nachstehend abgebildeter Apparat.

Fig. XII.



Der Guano wird in einem Luftstrom getrocknet und die Luft, nachdem sie über den Guano gegangen ist, durch titrirte Schwefelsäure geleitet, wo sie das Ammoniak vollständig abgibt. Zu dem Gewicht des trocknen Guano's wird dann die durch Rücktitriren

*) Guter Guano hinterlässt 30—33%, schlechter 60—80%, absichtlich verfälschter noch mehr Asche. Von ächtem Guano ist die Asche weiss oder grau.

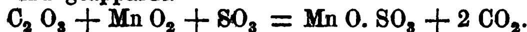
der Schwefelsäure gefundene Menge Ammoniak, als $NH_4 O$ berechnet, hinzuaddirt.

A ist ein Wasserbad, welches durch die Lampe *d* geheitzt wird, und in welches das Messingrohr *b* an den Enden eingelöthet ist. In letzteres schiebt man das Schiffchen *c* mit der gewogenen Menge Guano (1—2 grm.), verbindet das eine Ende von *b* mit dem Chlorcalciumrohr *a*, das andere Ende mit dem Stickstoffapparat *B*, in welchem 10 CC. titrirte Schwefelsäure sich befinden. Ein Kautschukschlauch geht von der Spitze des Stickstoffapparates zu dem Saugrohr *f* des Aspirators *C*.

Will man im Guano die Harnsäure und Oxalsäure bestimmen, verfährt man folgendermassen:

Harnsäure. Den in Wasser unlöslichen Theil des Guanos behandelt man mit schwacher Natronlauge in gelinder Wärme, filtrirt, fällt die Harnsäure durch Ansäuern mit Salzsäure, sammelt sie auf einen gewogenen Filter, wäscht sie vorsichtig mit möglichst kleinen Mengen kalten Wassers aus, trocknet und wägt sie.

Oxalsäure. Man lässt etwas verdünnte Schwefelsäure auf die Guanoprobe einwirken, bis alle Kohlensäure ausgetrieben ist, neutralisirt alsdann die Schwefelsäure mit kohlensäurefreier Natronlauge, mischt mit Braunstein und zersetzt durch überschüssige verdünnte Schwefelsäure im Geisler'schen oder Kipp'schen Kohlensäurebestimmungsapparat.



$$C_2 O_3 + Mn O_2 + SO_3 = Mn O . SO_3 + 2 CO_2.$$

Für je 1 Aequ. Oxalsäure erhält man sonach 2 Aequ. Kohlensäure.

Ammoniak und Salpetersäure werden nach der Knop'schen resp. Schulze'schen Methode. (Siehe pag. 127 und pag. 130) bestimmt.

Kohlensäure in den bekannten Kohlensäurebestimmungsapparaten. Uebrigens enthält echter Guano nur wenig kohlensaure Salze. Zeigt eine Guanosorte daher starkes Aufbrausen, so darf man eine absichtliche Verfälschung desselben mit kohlensaurem Kalk vermuthen.

Untersuchung der Pflanzenaschen.

Ueber die Bereitung der Pflanzenaschen ist schon pag. 76 das Nöthige gesagt worden. Ich wiederhole nur: die zu verbrennenden Pflanzen oder Pflanzentheile müssen vollkommen von allen anhängenden Unreinigkeiten befreit werden, die Ein-

äscherung soll möglichst vollständig, bei möglichst niederer Temperatur und bei weder zu starkem noch zu schwachem Luftzug geschehen.

Zur quantitativen Bestimmung der einzelnen Bestandtheile theilt man die Asche, nachdem für unvorhergesehene Fälle eine kleine Partie bei Seite gelegt wurde, in zwei Theile.

In dem kleineren Theil *A.* bestimmt man

die Kohlensäure mittelst des Geisler'schen Apparates und Anwendung von verdünnter Salpetersäure, spült dann den Inhalt des kleinen Kolbens in ein Becherglas, filtrirt und bestimmt

das Chlor mit salpetersaurem Silberoxyd, wie pag. 135 angegeben.

In dem grösseren Theil *B.* bestimmt man alle übrigen Bestandtheile.

Sand, Kohle und Kieselerde. Man übergiesst die Asche (4—5 grm,) in einer Porzellanschale mit Wasser und fügt vorsichtig, damit kein Verlust durch Verspritzen eintritt, Salzsäure zu, erhitzt gelinde, bis sich mit Ausnahme der Kohle und des Sandes alles gelöst hat, verdampft auf dem Wasserbad vollständig zur Trockene, lässt 24 Stunden im Trockenschrank bei 101° stehen, befeuchtet dann mit concentrirter Salzsäure, erhitzt nach halbstündiger Einwirkung mit einer gehörigen Menge Wasser zum anfangenden Kochen und filtrirt die Lösung durch ein bei 100° getrocknetes und gewogenes Filter. Den gut ausgewaschenen und getrockneten Rückstand löst man vom Filter, kocht ihn eine halbe Stunde lang in einer Platinschale mit verdünnter Natronlauge, filtrirt durch das alte Filter, wüscht aus, trocknet und wägt. Er wird nach Abzug des Filtergewichtes als Kohle und Sand in Rechnung gebracht. Die Kohle bestimmt man, indem man das Gemenge glüht und den Verlust notirt.

Die in Natronlauge gelöste Kieselsäure führt man durch Uebersättigen mit Salzsäure, Eindampfen und Trocknen wieder in die unlösliche Modifikation über und bestimmt sie als solche wie pag. 34 angegeben.

Die von der Kieselsäure, Sand und Kohle abfiltrirte salzsaure Lösung bringt man auf 300 CC. und theilt sie in zwei Theile *A* zu 100 CC. und *B* zu 200 CC.

In dem Theil *A* bestimmt man zunächst die Schwefelsäure durch Fällen mit Chlorbarium unter Vermeidung eines Ueberschusses, fügt sodann Eisenchloridlösung zu, verdampft im Wasserbade den grössten Theil der freien Säure, verdünnt, setzt kohlensauren Baryt zu, bis der Niederschlag hell röthlichbraun ist, filtrirt nach einigem Stehen ab, entfernt aus dem Filtrat Kalk und Baryt durch kohlensaures und etwas oxalsaures Ammoniak und verfährt

dann weiter zur Bestimmung der Alkalien wie pag. 110 angegeben.

Den Theil *B.* theilt man abermals und bestimmt in 100 CC. die Phosphorsäure nach einer der pag. 120 ff. angegebenen Methoden. In den zweiten 100 CC. bestimmt man nach pag. 118 Eisenoxyd, (Thonerde), Kalk, Magnesia und Mangan.

Bei der Berechnung der Analyse streicht man Kohle und Sand und berechnet die wesentlichen Bestandtheile auf 100 Theile.

Analyse von Quell-, Brunnen-, Fluss- und Teichwasser.

Die Reaktion des Wassers prüft man mittelst Lackmuspapier;

das specifische Gewicht mittelst eines Piknometers.

Gesammtrückstand. 1000 CC. Wasser dampft man in einer Platinschale auf dem Wasserbade ein und trocknet den Rückstand bei 110° C.

Organische Stoffe. Entweder glüht man den trockenen Rückstand, behandelt ihn mit kohlensaurem Ammoniak, glüht nochmals gelinde und berechnet die organische Materie aus dem Gewichtsverluste oder man bereitet sich, nach Monnier, eine Probeflüssigkeit, welche 1 grm. krystallisirtes übermangansaures Kali pr. Liter enthält, und giesst diese mittelst einer Bürette in das zu prüfende Wasser. Das Wasser, von dem man 500 CC. anwendet, muss auf eine fixe Temperatur von 65° C. gebracht und dann mit $^2/_{1000}$ Schwefelsäure angesäuert werden. Das Gewicht des zersetzten übermangansauren Kali ist dem der organischen Substanzen nahezu proportional.

Gebundene Kohlensäure. Der Glührückstand wird in einem Geissler'schen Kohlensäurebestimmungsapparate zersetzt.

Freie Kohlensäure. 2000 CC. Wasser versetzt man mit ammoniakalischem Chlorcalcium, bestimmt die Kohlensäuremenge des Niederschlags in einem Geissler'schen Apparat und zieht von ihr die Menge der gebundenen Kohlensäure ab.

Schwefelwasserstoff. Die ungefähre Menge erkennt man durch den Geruch; genauer durch Titrirung mittelst einer Auflösung von Jod in Jodkalium. Man wägt sich eine gewisse Menge des schwefelwasserstoffhaltigen Wassers ab, setzt etwas dünnen Stärkekleister

und dann unter Umschwenken so lange von der Jodlösung (1 CC., enthalte 0,001 grm. Jod) zu, bis eben bleibende Bläuung eintritt. 1 Aequivalent Jod = 127 entspricht 1 Aequiv. Schwefelwasserstoff = 17.

Salpetersäure. Man verdampft 2000 CC. Wasser bis auf einen kleinen Flüssigkeitsrest und bestimmt in diesem die Salpetersäure nach der Schulze'schen Methode. (Siehe pag. 130.)

Ammoniak. 2000 CC. Wasser dampft man unter Zusatz weniger Tropfen Salzsäure bis auf einen geringen Rest ein, fügt Natronlauge zu, destillirt durch einen Liebig'schen Kühler in eine mit verdünnter Salzsäure versehene Vorlage, führt den gebildeten Salmiak in Ammoniumplatinchlorid über, filtrirt durch ein gewogenes, bei 100° C. getrocknetes Filter, wäscht aus, trocknet, wägt und berechnet aus dem Ammoniumplatinchlorid die Ammoniakmenge. (Multiplikator 0,076.)

Schwefelsäure. 1000 CC. Wasser werden bis auf 500 CC. eingedampft, mit Salzsäure angesäuert und mit Chlorbarium gefällt. (Siehe pag. 118.)

Chlor. 200 CC. Wasser werden auf 500 CC. eingedampft, mit Salpetersäure angesäuert und mit salpetersaurem Silberoxyd gefällt. (Siehe pag. 135.)

Kieselsäure. 6000 CC. Wasser werden mit Salzsäure zur Trockniss verdampft, der Rückstand mit Salzsäure befeuchtet und mit Wasser gekocht. Der unlösliche Rückstand ist Kieselsäure.

Die von der Kieselsäurebestimmung abfiltrirte Lösung bringt man auf 1000 CC. und theilt sie in zwei Theile. In 500 CC. bestimmt man

Eisen, Kalk und Magnesia, indem man das Eisen durch Ammoniak bei Luftabschluss fällt und auf Phosphorsäure prüft, den Kalk aus dem Filtrat durch Oxalsäure abscheidet und darauf die Magnesia durch phosphorsaures Natron bestimmt.

Alkalien. Die andern 500 CC. werden zur Trockniss verdampft, mit Barytwasser schwach alkalisch gemacht, gekocht, filtrirt. Das Filtrat mit oxalsaurem und kohlensaurem Ammoniak versetzt, filtrirt, eingedampft und geglüht. Das Chlorkalium und Chlornatrium, deren Reinheit sorgfältig zu prüfen ist, trennt man nach pag. 119 f. durch Platinchlorid.

Anmerkung. Für technische Zwecke sind namentlich die organischen Stoffe im Wasser schädlich. Zur Brauerei oder Zuckerfabrikation verwendetes Wasser soll im Liter nicht mehr als 2 grm. Rückstand beim Abdampfen hinterlassen.

Anhang.



Tabelle zur Berechnung der gesuchten Substanz aus der gefundenen.

Grundstoff	Gefunden	Gesucht	Multiplikator
Ammonium	Ammoniumplatinchlorid . .	Ammoniak . . .	0,076
Calcium	Schwefelsaurer Kalk ($CaO.SO_3$)	Kalk	0,412
	Kohlensaurer Kalk	Kalk	0,560
	Kohlensäure	Kohlensaurer Kalk	0,273
Chlor	Chlorsilber	Chlor	0,247
	Chlorsilber	Salzsäure	0,254
Eisen	Eisenoxyd	Eisen	0,700
	Eisenoxyd	Eisenoxydul . . .	0,900
Kalium	Chlorkalium	Kalium	0,524
	Chlorkalium	Kali	0,632
	Kaliumplatinchlorid	Kali	0,193
	Kaliumplatinchlorid	Chlorkalium . . .	0,305
Kohlenstoff	Kohlensäure	Kohlenstoff . . .	0,273
	Kohlensaurer Kalk	Kohlensäure . . .	0,440
Magnesium	Pyrophosphorsaure Magnesia	Magnesia	0,360
Natrium	Natron	Natrium	0,742
	Chlornatrium	Natron	0,530
	Chlornatrium	Natrium	0,393
Phosphor	Phosphorsäure	Phosphor	0,437
	Pyrophosphorsaure Magnesia	Phosphorsäure . .	0,640
	Phosphorsaures Eisenoxyd .	Phosphorsäure . .	0,470
Sauerstoff	Natron	Sauerstoff	0,258
Schwefel	Schwefelsaurer Baryt . . .	Schwefelsäure . .	0,343
	Schwefelsäure	Schwefelsaurer Kalk	2,150
Stickstoff	Ammoniumplatinchlorid . .	Stickstoff	0,060
	Platin	Stickstoff	0,142
	Stickstoff	Proteinstoffe . . .	6,25
Wasserstoff	Wasser	Wasserstoff . . .	0,111

Aequivalente der im Buche vorkommenden Grundstoffe.

Aluminium	Al	13,63	Magnesium	Mg	12,00
Antimon	Sb	120,30	Mangan	Mn	27,57
Arsenik	As	75,00	Molybdän	Mo	46,00
Barium	Ba	68,59	Natrium	Na	23,00
Blei	Pb	103,57	Nickel	Ni	29,00
Bor	B	11,04	Phosphor	P	31,00
Brom	Br	79,97	Platin	Pt	98,94
Cadmium	Cd	56,00	Quecksilber	Hg	100,05
Calcium	Ca	20,00	Sauerstoff	O	8,00
Chlor	Cl	35,46	Schwefel	S	16,00
Chrom	Cr	26,24	Silber	Ag	107,97
Eisen	Fe	28,00	Silicium	Si	14,81
Fluor	Fl	19,00	Stickstoff	N	14,00
Gold	Au	196,67	Strontium	Sr	43,67
Jod	J	126,88	Uran	Ur	59,40
Kalium	K	39,11	Wasserstoff	H	1,00
Kobalt	Co	30,00	Wismuth	Bi	208,00
Kohlenstoff	C	6,00	Zink	Zn	32,53
Kupfer	Cu	31,68	Zinn	Sn	58,00

Tabelle zur Bestimmung des Zuckergehaltes der Zuckerrüben nach deren specifischem Gewicht.

Specifisches Gewicht bei 14½°R.	Gehalt an Zucker	Gehalt an Trocken-substanz	Specifisches Gewicht bei 14½°R.	Gehalt an Zucker	Gehalt an Trocken-substanz
1,014	7,0	12,0	1,044	11,75	18,25
1,016	7,5	12,5	1,046	12,0	18.5
1,018	8,0	13,0	1,048	12,25	18,75
1,020	8,25	13,5	1,050	12,5	19,0
1,022	8,75	14,0	1,052	12,75	19,25
1,024	9,0	14,5	1,054	13,0	19,5
1,026	9,5	15,0	1,056	13,25	18,75
1,028	9,75	15,5	1,058	13,5	20,0
1,030	10,0	16,0	1,060	13,75	20,25
1,032	10,25	16,3	1,062	14,0	20,5
1,034	10,5	16,6	1,064	14,25	20,75
1,036	10,75	17,0	1,066	14,5	21,0
1,038	11,0	17,3	1,068	14,75	21,25
1,040	11,25	17,6	1,070	15,0	21,5
1,042	11,5	18,0			

Reduktion eines Gasvolums von beliebiger Temperatur auf 0° oder eine beliebige andere Temperatur zwischen 0° und 100° C.

Die Gase dehnen sich für jeden Grad des Celsius'schen Thermometers um 0,003665 aus. Will man daher ein Gasvolumen von einer niedrigeren Temperatur auf eine höhere berechnen, so sucht man zuerst, indem man zu 1 das durch Multiplikation der Gradeunterschiede mit 0,003665 erhaltene Produkt addirt, die Ausdehnung für die Volumeinheit und multiplicirt alsdann die so gewonnene Zahl mit der gegebenen Menge der Volumeinheiten. Reducirt man umgekehrt ein Gasvolumen von höherer Temperatur auf ein solches von geringerer, so hat man die Menge der Volumeinheiten durch oben genannte Zahl zu dividiren.

Beispiel 1: Wie viel Raum nehmen 10 CC. Stickstoffgas von 8° C. bei 15° C. ein?

$$[1 + (7 \times 0{,}003665)] \times 10 = 10{,}25655 \text{ CC.}$$

Beispiel 2: Wie viel Raum nehmen 100 CC. Stickstoffgas von 15° C. bei 0° ein?

$$\frac{100}{1 + (15 \times 0{,}003665)} = 94{,}78 \text{ CC.}$$

Reduktion eines Gasvolums von gewisser Dichtigkeit auf einen Barometerstand von 0,76 Meter oder einen beliebigen andern.

Da die Volumina der Gase umgekehrt sind dem Drucke, unter dem sie sich befinden, so ist die Rechnung sehr einfach.

Beispiel 1: Welchen Raum nehmen 1200 CC. Stickstoffgas unter einem Druck von 790 Millimeter bei einem Druck von 760 Millimeter ein?

$$760 : 790 = 120 : x \quad x = 124{,}74 \text{ CC.}$$

Beispiel 2: Welchen Raum nehmen 58 CC. Stickstoffgas unter einem Druck von 745 Millimeter bei einem Druck von 760 Millimeter ein?

$$760 : 745 = 58 : x \quad x = 56{,}86 \text{ CC.}$$

Berechnung eines mit Wasserdampf gesättigten Gases auf sein Volumen in trockenem Zustande.

Hat man ein Gas über Wasser abgesperrt, so ist unter sonst gleichen Umständen sein Volumen immer grösser, als wenn es durch Quecksilber abgesperrt wäre, indem eine der Temperatur des Wassers entsprechende Menge Wasserdampf sich dem Gase beimischt, und indem dessen Spannung einem Theile der das Gas zusammendrückenden Luftsäule das Gleichgewicht hält, so dass diese nicht ganz zur Wirkung kommen kann. Will man daher den wahren Druck kennen lernen, unter dem sich das Gas befindet, so muss man von dem scheinbaren, den durch die Tension des Wasserdampfs in seiner Wirkung aufgehobenen Theil abziehen.

Tabelle über die Spannungsgrösse des Wasserdampfes bei den Temperaturgraden 0—40° C.

Temperatur in Graden C.	Spannkraft in Millim.	Temperatur in Graden C.	Spannkraft in Millim.
0	4,525	21	18,505
1	4,867	22	19,675
2	5,231	23	20,909
3	5,619	24	22,211
4	6,032	25	23,582
5	6,471	26	25,026
6	6,939	27	26,547
7	7,436	28	28,148
8	7,964	29	29,832
9	8,525	30	31,602
10	9,126	31	33,464
11	9,751	32	35,419
12	10,421	33	37,473
13	11,130	34	39,630
14	12,882	35	41,893
15	11,677	36	44,268
16	13,519	37	46,758
17	14,409	38	49.368
18	15,351	39	52,103
19	16,345	40	54,969
20	17,396		

Beispiel: Unter welchem wirklichen Luftdruck stände ein Gas bei 756 Mm. Barometerstand und einer Temperatur des Sperrwassers von 18° C.? Welches Volumen würden 115 CC. Stickstoffgas in trockenem Zustand bei normalem Barometerstande einnehmen?

756 — 15,351 = 740,649 Mm.

760 : 740,649 = 115 . x x = 112,072 CC.

Taxe der wichtigsten Düngerbestandtheile.

(Nach Stöckhardt. Chem. Ackersm. 1866 Nr. 4.)

		Pfundpreis in Sgr.	Pfundpreis in Krz. ö. W.
Phosphorsäure,	in Wasser löslich, wie in den Superphosphaten, dem Urat etc.	4 1/2	27
"	im Peruguano	3 1/2	21
"	im gedämpften staubfeinen Knochenmehl, im Rapsmehl, in der Poudrette, im präcipitirten phosphorsauren Kalk etc.	3	18
"	im Bakerguano	2 3/4	16 1/2
"	im gewöhnlichen griesartigen (splittrigen) Knochenmehl, im rohen Menschenharn etc.	2 1/2	15
"	in der Form gröberer Knochengraupen, im rohen Menschenkoth, Stall-Dünger etc.	2	12
Kali,	als schwefelsaures Kali	2 1/3	14
"	als Chlorkalium oder in anderen Verbindungen	2	12
Stickstoff,	leichtlöslich oder leichtzersetzbar (als Ammoniak oder Salpetersäure), im trockenen Blut, Fleisch, Harnstoff etc.	8	48
"	im staubfeinen Knochenmehl, in der Poudrette	7	42
"	im gewöhnlichen griesartigen (splittrigen) Knochenmehl, im Rapsmehl, Hornmehl, Wollstaub, im rohen Menschenharn u. s. w.	6	36
"	in der Form gröberer Knochengraupen, in Hornspänen, wollenen Lumpen, im rohen Menschenkoth, Stalldünger etc.	5	30

Grouven's Nährstofftaxen.

A. Concentrirtere Futtermittel.

Dann kostet je 1 Pfund		Beträgt der Marktpreis von 200 Zpfd. Roggen 4 Thlr.	5 Thlr.	6 Thlr.
		Pfennige		
I. Kategorie	Protein	20,8	26,1	31,3
	Fett	26,2	32,8	39,3
	Stärke	10,5	13,1	15,7
	Zucker	8,7	10,9	13,1
	Kohlehydrate überhaupt	7,8	9,8	11,7
II. Kategorie	Protein	15,7	19,6	23,5
	Fett	19,7	24,6	29,5
	Stärke	7,8	9,8	10,8
	Zucker	6,5	8,2	9,8
	Kohlehydrate überhaupt	5,9	7,4	8,9

1 Thaler à 30 Silbergroschen à 12 Pfennige.

B. Voluminösere Futtermittel.

Dann kostet je 1 Pfd.		Beträgt der Marktpreis von 1000 Zpfd. Wiesenheu 7 Thlr.	10 Thlr.	13 Thlr.
		Pfennige		
I. Kategorie	Protein	9,1	13,0	16,9
	Fett	11,3	16,2	21,0
	Stärke	4,6	6,5	8,4
	Zucker	3,8	5,4	7,0
	Kohlehydrate überhaupt	3,4	4,8	6,3
II. Kategorie	Protein	7,7	11,0	14,3
	Fett	9,6	13.8	17,9
	Stärke	3,8	5,5	7,2
	Zucker	3,2	4,6	5,9
	Kohlehydrate überhaupt	2,9	4,1	5,3

1 Thaler à 30 Silbergroschen à 12 Pfennige.

In österreichische Währung umgerechnet.

	Concentrirte Futtermittel. Auf je 1 fl. Marktpreis von 100 Pfd. Roggen kostet 1 Pfd.					Voluminöse Futtermittel. Auf je 1 fl. Marktpreis von 100 Pfd. Heu kostet 1 Pfd.				
Kategorie	Protein	Fett	Kohlehydrate	Stärke	Zucker	Protein	Fett	Kohlehydrate	Stärke	Zucker
	Kreuzer in österr. Währung.					Kreuzer in österr. Währung.				
I.	2,9	3,6	1,1	1,4	1,2	3,6	4,5	1,3	1,8	1,5
II.	2,2	2,7	0,8	1,1	0,9	3,1	3,8	1,1	1,5	1,2

Der in die Rubrik „Kohlenhydrate“ eingestellte Preis ist dann in Rechnung zu nehmen, wenn aus der Analyse der specielle Gehalt an Stärke und Zucker nicht getrennt ersichtlich ist.

Kategorie *A.* I. enthält blos die üblichen Genussmittel des Menschen; also vorzugsweise die Körner von Weizen, Tisch-Erbsen, weisse Bohnen, Linsen, ferner Roggenvorschussmehl und die geschälten Samen von Gerste, Hafer, Hirse und Reis; Tisch-Kartoffeln, Obst und alle besseren Gemüsepflanzen. Die thierischen Nahrungsmittel lassen sich nicht nach diesen Taxen berechnen, denn ihre Nährstoffe sind ungleich theuerer und haben auch, je nach der Abkunft, einen zu ungleichen Marktpreis.

Kategorie *A.* II. enthält die Samen von Roggen, Gerste, Hafer, Spelz, Mais, Pferdebohnen, Wicken, Lupinen, Raps und Lein; alle Rübengewächse, Futter-Kartoffeln, jede Art Schlempe und Melasse.

Kategorie *B.* I. enthält alle Arten von Heu, sowie auch die grün gefütterten Schnitte von Klee, Luzerne, Gras, Wickfutter, Futterkorn, Grünhafer, Mais, Lupinen, Kohlpflanzen und Rübenblätter. Ferner jede Sorte von Griesmehl, Kleien, Oelkuchen, Biertreber, Malzkeime, Stärketreber und Zuckerrübentreber.

Kategorie *B.* II. enthält alle Arten von reifem Getreide- und Hülsenfrucht-Stroh, sowie auch jegliche Sorte von Kaff, Spreu und Schoten.
